



TUGAS AKHIR - TL141584

**PENGARUH PENAMBAHAN SiO_2 ($X=1,5;2;2,5$) PADA
PEMBENTUKAN NATRIUM SUPERIONIK KONDUKTOR
($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) DAN SIFAT KONDUKTIFITAS IONIK
BATERAI ELEKTROLIT PADAT**

SYIFA' ERRAHMAH
NRP. 2712 100 056

Dosen Pembimbing
Hariyati Purwaningsih, S.Si.,M.Si
Vania Mitha Pratiwi, S.T.,M.T

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016



TUGAS AKHIR - TL141584

EFFECT OF MOL FRACTION SiO_2 ($X = 1.5; 2; 2.5$) ON $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$ PHASES AND IONIC CONDUCTIVITY OF SODIUM SUPERIONIC CONDUCTOR AS SOLID ELECTROLYTE BATTERY

SYIFA' ERRAHMAH
NRP. 2712 100 056

Advisor

Hariyati Purwaningsih, S.Si.,M.Si
Vania Mitha Pratiwi, S.T.,M.T

**MATERIAL AND METALLURGICAL ENGINEERING
DEPARTMENT**

**Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2016**



TUGAS AKHIR - TL141584

**PENGARUH PENAMBAHAN SiO_2 ($X=1,5;2;2,5$) PADA
PEMBENTUKAN NATRIUM SUPERIONIK KONDUKTOR
($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) DAN SIFAT KONDUKTIFITAS IONIK
BATERAI ELEKTROLIT PADAT**

SYIFA' ERRAHMAH
NRP. 2712 100 056

Dosen Pembimbing
Hariyati Purwaningsih, S.Si.,M.Si
Vania Mitha Pratiwi, S.T.,M.T

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016



**PENGARUH PENAMBAHAN SiO_2 ($X=1,5;2;2,5$) PADA
PEMBENTUKAN NATRIUM SUPERIONIK
KONDUKTOR ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) DAN SIFAT
KONDUKTIFITAS IONIK BATERAI ELEKTROLIT
PADAT**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Studi Material Keramik dan Gelas
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
SYIFA' ERRAHMAH
NRP 2712100056

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si (Pembimbing 1)
2. Vania Mitha Pratiwi S.T, M.T..... (Pembimbing 2)





**PENGARUH PENAMBAHAN SiO_2 ($X=1,5;2;2,5$) PADA
PEMBENTUKAN NATRIUM SUPERIONIK
KONDUKTOR ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) DAN SIFAT
KONDUKTIVITAS IONIK BATERAI ELEKTROLIT
PADAT**

Nama : Syifa' Errahmah
NRP : 2712 100 056
Dosen Pembimbing : Hariyati Purwaningsih, S.Si.,M.Si
Vania Mitha Pratiwi. S.T.,M.T

ABSTRAK

Energi merupakan isu hangat yang selalu diperlukan inovasi dari tahun ke tahun. Salah satu inovasi di dalamnya adalah bidang material penyimpanan, contohnya baterai. Selama 30 tahun, aplikasi dari NASICON ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) lebih kepada sensor gas. Pada penelitian ini, pembentukan NASICON menggunakan metode sol-gel dari NaOH, SiO_2 , H_3PO_4 dan $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. SiO_2 untuk pembentukan NASICON diekstrak dari sekam padi dengan metode *acid-leaching*. Hasil dari XRD menunjukkan bahwa silika hasil ekstraksi berbentuk amorf. Hasil SEM pada silika memperlihatkan bahwa morfologi silika berporos. Hasil FTIR ekstraksi silika menunjukkan bahwa adanya ikatan Si-O-Si pada sampel. Hasil XRD NASICON menunjukkan bahwa struktur sebelum pemanasan kedua adalah monoklinik, sedangkan setelah melalui proses kompaksi dan pemanasan kembali berstruktur rhombohedral. Hasil LCR menunjukkan bahwa Nyquist Plot dari ketiga komposisi bersifat semikonduktor dengan konduktivitas tertinggi dimiliki oleh NASICON dengan komposisi $x=2$.

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Katakunci: ekstraksi silika, NASICON, *solid electrolyte*, *storage Material*



**EFFECT OF MOL FRACTION SiO_2 ($X = 1.5; 2; 2.5$)
IN FORMATION OF SODIUM SUPERIONIC
CONDUCTOR ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) PHASE AND
IONIC CONDUCTIVITY OF SOLID ELECTROLYTE
BATTERY**

ABSTRACT

Energy is an issue that is always necessary and needs to improve in innovation from year to year. One of the innovations in it is the field of repository material, e.g. batteries. For 30 years, the application of the NASICON ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) to the gas sensor. In this study, the formation of the NASICON using sol-gel method of NaOH, SiO_2 , H_3PO_4 and $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. SiO_2 to the formation of the NASICON extracted from rice husk with method of acid-leaching. The results of XRD shows that silica is amorphous-shaped extraction results. The SEM results demonstrated that the morphology of silica silica pivots. FTIR results show that the presence of silica extraction bonding Si-O-Si on the sample. The results showed that the NASICON XRD structure before warming the second is monoklinik, whereas after a kompaksi and reheating rhombohedral structured. The results showed that the LCR Nyquist Plot of the three compositions are semiconductors with the highest conductivity is NASICON which is composition of x is 2.

Keywords: extraction of silica, NASICON, *solid electrolyte, storage material*

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Halaman ini sengaja dikosongkan



KATA PENGANTAR

Puji Syukur alhamdulillah dipanjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan kekuatan, kemudahan, dan kelancaran selama pengerjaan Tugas Akhir ini sehingga Laporan Tugas Akhir ini dapat selesai dengan baik. Tidak lupa saya sampaikan terima kasih kepada pihak-pihak terkait dalam pengerjaan Tugas Akhir ini:

1. Ayah, ibu, dan seluruh keluarga yang telah mendukung penuh selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
2. Bu Hariyati Purwaningsih sebagai pembimbing pertama yang telah membimbing dan memberikan saran hingga pengerjaan laporan ini selesai.
3. Bu Vania Mitha Pratiwi sebagai co-pembimbing yang banyak memberikan saran selama proses.
4. Teman-teman terdekat; Hilmi Firmansyah, Agus Purnomo, Novihana N.P, Dieski N. W., Mifta Ulul Azmi, Siti Qomariyah, Nur Hasanah, Rosena Mardiah, dan Alfani Zamil Meilani yang tidak henti memberikan semangat selama pengerjaan Tugas Akhir.
5. Teman-teman Laboratorium Konversi Energi, Jurusan Teknik Elektro ITS yang membantu pengujian LCR meter.
6. Teman-teman laboratorium kimia material.
7. Teman-teman Teknik Material dan Metalurgi angkatan 2012
8. Teman-teman Jurusan Fisika, Universitas Brawijaya, yang telah membantu dan memberikan saran selama proses.

Laporan ini masih sangat jauh dari sempurna. Oleh karena itu, sangat diperlukan kritik dan saran yang dapat menyempurnakan laporan untuk ke depannya.

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batas Masalah	3
1.4 Tujuan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material Konduktor Ionik	5
2.2 NASICON (Na Superionic Conductor)	7
2.3 Silika	11
2.4 Baterai	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Diagram Alir Penelitian	17
3.2 Alat Dan Bahan Percobaan	20
3.2.1 Bahan Penelitian	20
3.2.2 Alat-alat Penelitian	20
3.3 Rancangamn Penelitian	21
3.4 Prosedur Penelitain	21
3.4.1 Persiapan Bahan	21
3.4.1.1 Ekstraksi Silika	21
3.4.2 Sintesa NASICON	22
3.4.2.1 Persiapan Metode Sol-gel	22

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



3.4.2.2 Proses Sintering	22
3.4.3 Pengujian	22
3.4.3.1 XRD	23
3.4.3.2 SEM	24
3.4.3.3 FTIR	25
3.4.3.4 LCR Meter	26
BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Proses Sol-Gel Ekstraksi Silika dan NASICON	29
4.2 Analisa Hasil FTIR	30
4.3 Analisa Hasil XRD	31
4.4 Analisa Hasil SEM.....	35
4.5 Analisa Konduktivitas dan Hasil LCR Meter	37
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Representasi struktur NASICON	7
Gambar 2.2 Bottleneck pada struktur NASICON	8
Gambar 2.4 Struktur NASICON	9
Gambar 2.5 Pola XRD NASICON.....	10
Gambar 2.6 Anatomi baterai <i>Solid Electrolyte Interface</i>	14
Gambar 3.1 Diagram Alir Ekstraksi Silika	17
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesa NASICON	19
Gambar 3.3 Skema Uji XRD.....	23
Gambar 3.4 Skema Uji SEM	25
Gambar 3.5 Skema Uji FTIR.....	26
Gambar 3.6 Rangkaian Pengujian LCR Meter.....	28
Gambar 4.1 Hasil FTIR Sekam padi dan silika hasil ekstraksi....	30
Gambar 4.2 Hasil XRD Sekam padi, sekam padi yang telah dibakar, dan SiO ₂ hasil ekstraksi	31
Gambar 4.3 Difraktogram serbuk NASICON sebelum sintering kedua	32
Gambar 4.4 Difraktogram serbuk setelah sintering kedua pada 1000° C	33
Gambar 4.5 Hasil Pengujian SEM (A) Sekam Padi yang telah dibakar dan (B) Silika hasil ekstraksi	34
Gambar 4.6 Hasil Pengujian SEM pada NASICON	36
Gambar 4.7 Hasil uji EDX pada sampel NASICON x=2	37
Gambar 4.8 Nyquist plot NASICON	39

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Rencana penelitian.....	17
Tabel 4.1 Ukuran kristal dengan Komposisi NASICON	34
Tabel 4.2 Nilai konduktivitas NASICON	38

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Baterai dikenal sebagai sumber listrik yang fleksibel (tidak perlu dihubungkan ke sumbernya), sehingga dapat diaplikasikan dalam peralatan elektronik seperti ponsel. Baterai konvensional hanya sekali pakai, namun pada perkembangannya keberadaan baterai dapat diisi ulang. Teknologi yang berkembang pada ponsel ataupun barang elektronik lainnya juga menuntut kualitas termasuk dalam hal sumber daya yakni baterai itu sendiri. Hal tersebut secara tidak langsung memaksa para produsen baterai untuk melakukan inovasi terus-menerus untuk menyeimbangkan teknologi yang perkembangannya tidak dapat dibendung.

Baterai memiliki tiga komponen utama, yakni anoda, katoda, elektrolit. Elektrolit memiliki sifat sebagai penghantar (konduktor) ion yang baik dikenal dengan dua macam, cair dan padat. Sebelum tahun 1960an, material konduktor ionik padat yang sering dikembangkan seperti α -AgI, Ca^{2+} , atau Y^{3+} disubstitusi dengan ZrO_2 . Pada perkembangannya, konduktor Na^+ ditemukan dalam bentuk β -alumina ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$). Struktur β -alumina memungkinkan ion Na^+ untuk bergerak secara dua dimensi. Pada tahun 1975, Goodenough et.al memperkenalkan NASICON sebagai struktur konduktor ion yang memungkinkan ion Na^+ bergerak secara tiga dimensi.

Selama tiga puluh tahun, NASICON (Natrium Superionik Konduktor) dengan rumus molekul $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$, pada awalnya dikembangkan sebagai sensor gas karena konduktivitasnya yang tinggi (Inada, 2015). Selain sebagai sensor, NASICON juga digunakan sebagai baterai berbasis Na^+ yang memiliki kualifikasi konduksi ionik seperti seperti β -alumina dan *cubic stabilized zirconium* (Yadav, 2011).

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Material NASICON mempunyai struktur kristal rhombohedral, monoklinik, triklinik, orthombik, dan *corrondum-like* disebabkan perbedaan komposisi dan temperature sintering (Anantharamulu, 2011). Konduktivitas optimum dari NASICON berada pada komposisi $1,8 \leq x \leq 2,2$ dengan struktur monoklinik (Goodenough, 1975). Beberapa peneliti melakukan investigasi pengaruh perbedaan komposisi terhadap struktur dan sifat elektrik. Yadav (2011) melakukan investigasi tersebut dengan variasi $x=0,1$; 1 ; dan $2,05$. Hasil riset tersebut menunjukkan bahwa pada komposisi $x=2,05$ diperoleh konduktivitas NASICON yang paling tinggi. Goodenough (1975) melakukan investigasi komposisi NASICON dengan variasi $0,4 \leq x \leq 2,8$ dengan hasil pada komposisi $x=2$ memperoleh konduktivitas terbesar.

Komposisi NASICON bergantung pada fraksi mol yang dinyatakan pada rumus molekul $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$ sebagai x . Keberadaan x ini akan mempengaruhi jumlah fraksi mol dari Na, Si, dan P. Sehingga perubahan struktur NASICON dipengaruhi oleh penambahan unsur Si. Penambahan unsur Si pada NASICON merubah keseimbangan atom Na menjadi bertambah sedangkan keseimbangan atom fosfor P berkurang. Hal ini tentu akan berpengaruh pada karakteristik NASICON baik struktur maupun sifat elektriknya. Qui (1981) melakukan investigasi struktur dan konduksi ionik pada $\text{Na}_4\text{Zr}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ yang biasa disingkat NZS ($x=3$, tanpa unsur P). Dari investigasi tersebut, konduktivitas ionik pada NZS relatif lebih tinggi daripada NZP ($\text{NaZr}_2\text{P}_3\text{O}_{12}$, $x=0$) yang disintesa oleh Meier (2014). Terlihat adanya pengaruh penambahan Si pada konduktivitas NASICON yang relatif lebih besar daripada NASICON tanpa unsur Si.

Sejalan dengan Goodenough (1975), penambahan Si pada NASICON ($0 \leq x \leq 1,8$) akan meningkatkan nilai konduktivitas, namun seiring bertambahnya x hingga maksimal ($2,2 \leq x \leq 3$) konduktivitas cenderung menurun. Sehingga, diperlukan investigasi lebih lanjut mengenai pengaruh komposisi pada $0 \leq x \leq 1,8$; $1,8 \leq x \leq 2,2$; dan $2,2 \leq x \leq 3$.

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, dapat diambil rumusan masalah dalam Tugas Akhir ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh penambahan SiO_2 ($x=1,5;2;2,5$) pada pembentukan fasa $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$?
2. Bagaimana pengaruh penambahan SiO_2 ($x=1,5;2;2,5$) pada sifat konduksi ionik untuk aplikasi baterai elektrolit padat?

1.3 Batasan Masalah

Untuk menganalisis masalah dalam penelitian ini, terdapat batasan masalah sebagai berikut:

1. Sifat elektrik yang diamati adalah impedansi dan konduktivitas
2. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh
3. Temperatur tahan dianggap stabil
4. Fluktuasi pada furnace dianggap stabil

1.4 Tujuan

Dari rumusan masalah yang ada, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisa pengaruh penambahan SiO_2 ($x=1,5;2;2,5$) terhadap pembentukan fasa $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$?
2. Menganalisa pengaruh penambahan SiO_2 ($x=1,5;2;2,5$) terhadap konduksi ionik pada baterai elektrolit padat.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang material penyimpan atau *storage material* yang juga memberikan inovasi terkait baterai.

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Halaman ini sengaja dikosongkan



BAB II **TINJAUAN PUSTAKA**

2.1. Material Konduktor Superionik

Konduktor ionik, juga disebut dengan elektrolit padat, merupakan konduktor yang hantarannya disebabkan oleh ion yang bergerak. Pergerakan ion tersebut diakibatkan oleh adanya vakansi pada struktur atom (Dietrich, 1985). Elektrolit padat pertama kali diteliti oleh Faraday kemudian berlanjut hingga sekarang (Karamov, 2008). Elektrolit pada dapat dikelompokkan berdasarkan penghantarnya, yakni elektrolit pada kation (Li^+ , Na^+ , K^+ , Ag^+ , Cu^+ , Ti^+ , Pb^{2+} , H^+ atau H_3O^+) dan elektrolit padat anion seperti F^- atau O^{2-} (Nalbandyan dan Rao, tanpa tahun).

Telah disebutkan bahwa daya hantar dari elektrolit padat disebabkan oleh pergerakan ion-ion. Ion-ion tersebut bergerak karena adanya kecacatan atau ketidakaturan dalam struktur kristal material tersebut. Keberadaan cacat pada struktur kristal mengakibatkan adanya ruang kosong atau vakansi pada posisi-posisi tertentu. Vakansi ini dapat diisi oleh atom lain, kemudian atom tersebut berpindah ke vakansi lain dan terjadi terus-menerus. Hal inilah yang berperan pada nilai konduktivitas ion elektrolit padat (Gultom, 2011).

Nilai konduktivitas untuk material konduktor ionik pada umumnya adalah $10^{-3} \text{ S/cm} < \sigma < 10 \text{ S/cm}$, sedangkan konduktor ionik yang memiliki nilai konduktivitas lebih besar dari $10^{-4} - 10^{-5} \text{ S/cm}$ pada suhu ruangan disebut fast ion atau superionic conductor (Nalbandyan dan Rao, tanpa tahun). Konduktor ion cepat atau *fast ionic conductors* dapat disintesa dari bahan organik maupun anorganik. Sebagai contoh superionik dari bahan organik adalah gel poliakrilamida, litium perklorat dalam polietilen oksida dan ionomer seperti nafion. Sedangkan *fast ion conductors* dari bahan anorganik antara lain natrium klorida, zirkonium dioksida, elektrolit padat β -alumina, lanthanum florida, perak sulfida, perak iodida, timbal klorida, rubidium perak iodida, beberapa keramik

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



perovskite serta keramik konduktif seperti NASICON ($\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$) (Gultam, 2011)

Berdasarkan sifat kimia-fisika dan konduktivitas alami, material superionik dapat diklasifikasi menjadi empat kelompok (Karamov, 2008), Yakni:

1. Kelompok Pertama

Material pada kelompok ini merupakan material kristal ionik dengan energi aktivasi yang rendah pada konduksi ion. Mayoritas pada kelompok ini hanya bersifat ionik, kationik, dan anionik.

2. Kelompok kedua

Material yang termasuk dalam kelompok ini adalah senyawa non-stoikiometri dengan campuran ikatan ionik, elektronik, dan konduktivitas *hole*. Material semikonduktor termasuk pada kelompok ini.

3. Kelompok ketiga

Logam dengan kelarutan hidrogen yang tinggi dalam bentuk larutan padat termasuk pada kelompok ini.

4. Kelompok keempat

Material pada kelompok ini merupakan senyawa non-stoikiometrik namun berbeda dengan kelompok kedua. Perbedaannya terletak pada adanya implan ion untuk mengubah sifat elektrik atau optik.

5. Kelompok kelima

Gelas dengan konduktivitas ion yang memiliki membran *exchange*.

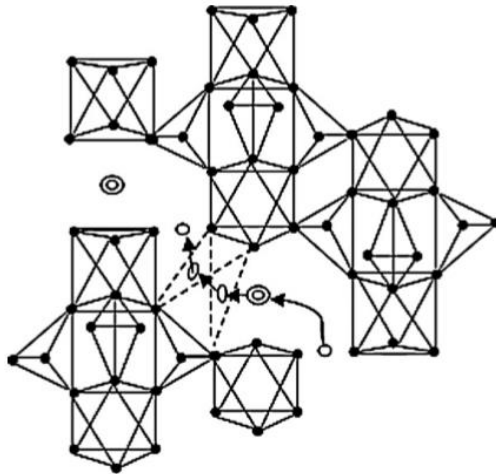
2.2 NASICON (Na Superionic Conductor)

Selama kurang lebih 30 tahun, material NASICON ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) telah banyak digunakan sebagai sensor gas, baterai berbasis Na^+ dan elektroda ion karena konduktifitas ioniknya yang tinggi dibandingkan dengan solid elektrolit baterai



lainnya seperti sodium beta alumina atau *cubic stabilized zirconium*. (Anantharamulu, 2011)

Tingginya nilai konduktifitas ionik dari NASICON ini memberikan efek terhadap kedua konsentrasi *ion charge carrier* yang tinggi dan mobilitas yang tinggi. Konsentrasi dan mobilitas dari *charge carriers* yang tinggi dari solid elektrolit NASICON ini disebabkan oleh stuktur kristalnya. Struktur kristal material ini terdiri dari dua jenis ion, satunya mengenai ruang kisi kristal yang tidak bergerak dan lainnya, ion yang mudah bergerak di dalam kisi dan membangun sub kisi yang dicairkan. Umumnya, NASICON memiliki tiga kerangka dimensi untuk migrasi Na^+ . Ion-ion yang bergerak ini umumnya adalah kation dengan ukuran kecil, jadi beberapa tipe konduktor dapat dinamakan Konduktor Kation. (Hong, 1976)



Gambar 2.1 Representasi Struktur NASICON (Yadav, 2011)

Struktur dasar dari material NASICON adalah rhombohedral dimana dua struktur octahedral ZrO_6 dipisahkan dengan tiga struktur tetrahedral $(\text{Si,P})\text{O}_4$ yang kemudian mereka

Laporan Tugas Akhir

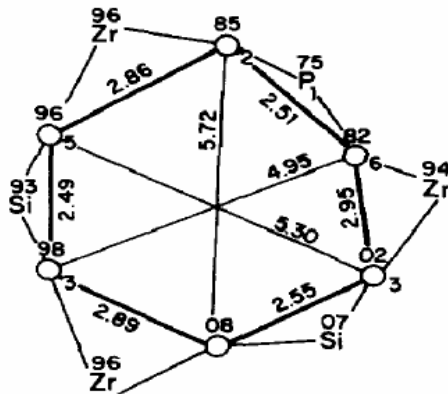
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



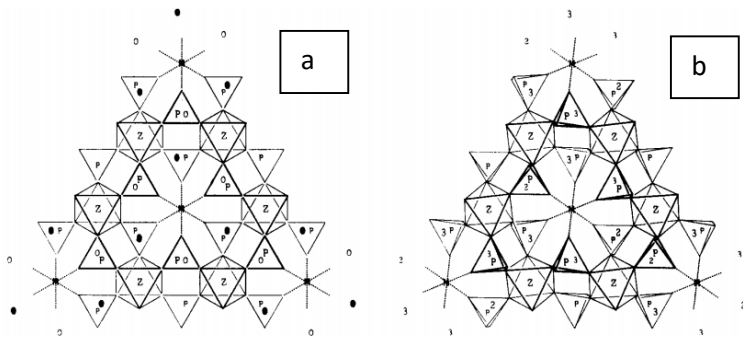
berbagi atom-atom oksigen dibagian sudut dan dua tipe Na sites (Na1 dan Na2). Na1 terdapat diantara dua octahedral sepanjang c axis dan Na2 terdapat dibagian tengah dari dua Na1 sepanjang a axis. (Boilot, 1988)

Kedua Na sites, Na1 dan Na2, yang berada didalam, terhubung melalui atom-atom oksigen dengan *triangular bottlenecks*. Bottleneck diantara kedua sites pada simetris rhombohedral terbentuk dari tiga oksigen atom dimana bagian tengahnya membentuk segitiga seperti pada Gambar 2.4

Tingginya konduktifitas ionik, akibat dari pergerakan ion natrium, bergantung dari ukuran bottleneck, energi aktivasi yang dibutuhkan untuk pergerakan ion-ion dan parameter kisi dimana nilainya dapat dimodifikasi dengan mengubah komposisi NASICON. (Juarez, 1998)



Gambar 2.2 Bottleneck pada struktur NASICON (Hong, 1976)



Gambar 2.4 Struktur NASICON (a) rhombohedral (b) monoklinik

Struktur NASICON tergantung pada komposisinya (Hong, 1976). Pada komposisi tertentu seperti $1,8 \leq x \leq 2,2$, NASICON memiliki struktur cenderung monoklinik (Goodenough, 1975). Struktur tersebut berimbas pada nilai konduktivitas yang pada range $1,8 \leq x \leq 2,2$ memiliki nilai yang cukup besar. Pada gambar 2.4, terlihat kombinasi antara struktur Zr-oktahedra dengan P-tetrahedral yang membentuk struktur rhombohedral dan monoklinik.

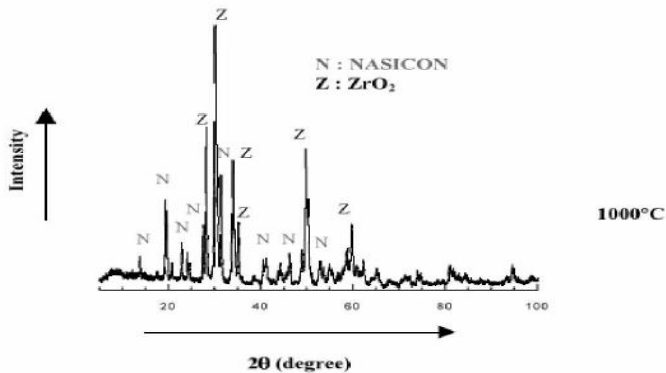
Dari Gultam (2011) bahwa Ada dua metode yang bisa digunakan dalam sintesis NASICON, yaitu metode padat-padat (solid state reaction) dan metode sol-gel. Pada metode padat-padat penelitian yang pernah dilakukan digunakan campuran Na_2CO_3 , SiO_2 , ZrO_2 , dan NH_4HPO_4 (Goodenough dan Hong (1976)). Campuran Na_2CO_3 , ZrSiO_4 , Na_2HPO_4 , dan H_3PO_4 (Lee et al (2003), Kale et al (2003), Banga et al (2004) dan Sadaoka et al (2007)). Campuran sederhana ZrSiO_4 dan Na_3PO_4 (Ono et al (2000)), Kida et al (2001), dan Min et al (2003)) digunakan dalam sintesis NASICON sebagai komponen sensor gas CO_2 , NO_2 , dan

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



SO₂. Sedangkan pada metode sol-gel penelitian yang pernah dilakukan untuk sintesis NASICON diantaranya digunakan campuran Zr(OPr)₄, Si(OEt)₄, OP(OBu)₃, dan Na(Ot-Bu) (Licoccia et al (1999)). Campuran ZrO(NO₃)₂.xH₂O, NH₄H₂PO₄, Na₂SiO₃.9H₂O, dan asam hidroksi (asam tartarat, asam sitrat, asam malat, dan asam laktat) (Shimizu et al (2000)). Penggunaan zat yang sama dilakukan oleh Mouzer et al (2003) tetapi asam hidroksi yang digunakan hanya asam tartarat dan asam sitrat. Campuran ZrOCl₂.8H₂O, NH₄OH, asam oksalat, dan (NH₄)₂HPO₄ (Zhang et al (2003)). Campuran ZrOCl₂, NaNO₃, (NH₄)₂HPO₄, dan Si(C₂H₅O)₄ (Fabin Qiu et al (2004)). Serta campuran antara Si(C₂H₅O)₄, Zr(OC₄H₉)₄, PO(OC₄H₉)₃, dan NaOC₂H₅ (Miyachi et al (2003) dan Obata et al (2005)). Setiap material mempunyai karakteristik yang khas dan untuk mengetahui karakteristik NASICON dapat dilihat



Gambar 2.5 Pola XRD NASICON

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Dari pola XRD dan spektra inframerahnya. Pola XRD untuk NASICON berada pada puncak $2\theta = 14, 19, 20, 22, 27.5, 32, 41, 46, \text{ dan } 53$.

Keberhasilan suatu sintesis dapat dilihat dari kemurnian material yang dihasilkan. Kemurnian dari elektrolit padat akan mempengaruhi nilai konduktifitas ioniknya. Faktor yang berpengaruh terhadap kemurnian dan nilai konduktifitas NASICON adalah metode preparasinya.

2.3 Silika

Silika adalah salah satu zat hara yang dibutuhkan oleh tanaman, terutama tanaman padi. Si (silikon) merupakan pendukung untuk pertumbuhan padi yang sehat dan menghindarkan tanaman dari serangan penyakit, radiasi matahari, serta keracunan unsur hara. Selain itu, Silika merupakan unsur kedua terbesar di kerak bumi setelah oksigen dan sebagian besar Si terdapat di dalam tanah. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa jaringan pekarangan tanah mengandung Si. Tanaman akumulator Si membutuhkan Si dalam jumlah yang cukup banyak untuk peran pertumbuhannya. Tanaman tersebut berasal dari famili *Gramineae* seperti padi, bambu, dan tebu. Selain itu, tanaman tingkat rendah dari famili *Chlorophyta* seperti alga juga sebagai akumulator Si. Tidak hanya itu, Si juga bermanfaat untuk peningkatan fotosintesis, meningkatkan daya tahan terhadap kekeringan, salinitas, alkanitas dan cuaca ekstrim.

Silika berada dalam tanah berbentuk silika larut air. Tanaman menyerap silika, dipolimerisasi dan dipresipitasi menjadi bentuk silika amorf. Beberapa karbohidrat dan protein tanaman diketahui memiliki peran dalam polimerisasi biosilika menjadi bentuk silika amorf. Silika terakumulasi dalam bentuk phytolite yang merupakan bentuk primer dari silika amorf (SiO_2 dengan 5-15% H_2O). Berbagai jenis tanaman baik dikotil maupun monokotil memproduksi *phytolite*.

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Sekam padi merupakan salah satu limbah dari usaha pertanian. Sekam padi memiliki 20% abu yang dapat diekstraksi menjadi silika amorf (Ghosh & Bhattacharjee, 2013). Aplikasi dari silika pun beragam, sebagai filler, katalis, maupun untuk pembentukan senyawa silikon lainnya. Ekstraksi silika dari abu sekam padi dapat dengan metode penambahan NaOH kemudian dititrasi dengan HCl (Patil dkk, 2014). Sekam padi dipanaskan dalam muffle furnace dengan temperatur 700⁰ C selama 6 jam. 10 gram dari sekam tersebut ditambah dengan 60 ml NaOH 1 N mendidih kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama satu jam. Hasil tersebut disaring, filtrat dititrasi dengan HCl 1 N hingga pH 7. Gel silika akan terbentuk ketika pH <10. Setelah mencapai pH 7, gel silika dibiarkan atau *aging* selama 18 jam.

Partikel silika memiliki banyak aplikasi dalam industri antara lain sebagai filler komposit, komponen elektronik, katalis, bahkan *drug delivery* (Zulfiqar dkk, 2015). Dengan meluasnya aplikasi dari silika dalam ukuran nano, terdapat metode-metode yang diuji untuk mendapatkan silika bahkan dari bahan alam, seperti sekam padi. Silika merupakan salah satu pembentuk NASICON. Perkembangan zaman yang semakin lama semakin membutuhkan inovasi di setiap aspeknya, sumber silika dari sekam padi berpotensi sebagai sumber silika juga untuk pembentukan NASICON.

2.4. Baterai

Baterai merupakan alat yang dapat mengubah energi kimia menjadi energi listrik (Moulson, et.al, 2003). Dilansir dari *Amazine.co*, Alessandro Volta, seorang fisikawan Italia, adalah orang pertama yang menemukan baterai pada tahun 1800. Berikut perkembangan baterai dari tahun ke tahun:

1748 – Istilah ‘baterai’ mulai dikenal setelah Benjamin Franklin mendefinisikannya sebagai susunan pelat kaca yang diberi arus.

Laporan Tugas Akhir **Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**



1780 – 1786 – Teori bahwa aliran listrik terdapat di sel-sel hewan dikemukakan oleh Luigi Galvani, yang menyediakan landasan bagi ilmuwan lain untuk penelitian lebih lanjut.

1800 – Alessandro Volta menemukan tumpukan volta, yang merupakan baterai pertama yang menghasilkan arus listrik konsisten.

1836 – Sel Daniel diciptakan oleh John Daniel, yang terdiri dari seng dan elektrolit tembaga dan dianggap jauh lebih aman daripada baterai yang ditemukan oleh Volta.

1839 – Sel bahan bakar pertama diciptakan oleh William Grove, yang menghasilkan arus listrik dengan menyatukan oksigen dan hidrogen.

1839 – 1842 – Berbagai ilmuwan dan penemu banyak melakukan penyempurnaan terhadap baterai dengan menggunakan elektroda cair untuk menghasilkan listrik.

1859 – Baterai timbal-asam (aki) yang bisa diisi ulang diciptakan oleh penemu Perancis, Gaston Plante. Mobil dan kendaraan bermotor lain masih menggunakan aki hingga kini.

1866 – Baterai karbon-seng dipatenkan oleh seorang Prancis bernama Georges Leclanche.

1881 – Baterai pertama yang memiliki elektroda negatif dan pot berpori dalam wadah seng ditemukan dan dipatenkan oleh JA Thiebaut.

1881 – Baterai sel kering pertama ditemukan oleh Carl Gassener. Penemuan ini juga menuai sukses secara komersial.

1899 – Baterai nikel-kadmium, yang juga dapat diisi ulang, ditemukan oleh Waldmar Jungner.

1901 – Baterai alkaline ditemukan oleh Thomas Edison.

1949 – Baterai alkaline kecil diciptakan oleh Lew Urry.

1954 – Baterai surya pertama diciptakan oleh Calvin Fuller, Daryl Chapin, dan Gerald Pearson

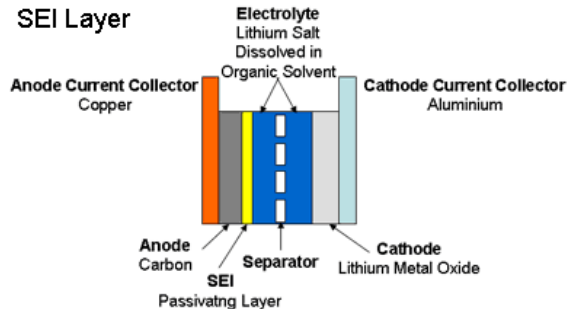
Baterai memiliki empat komponen agar terjadi reaksi elektrokimia. Komponen-komponen tersebut adalah:

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



1. Anoda
2. Katoda
3. Elektrolit
4. Pemisah/separator

Dalam istilah sederhana, sel energi atau baterai dapat dianggap sebagai pompa elektron. Reaksi kimia internal dalam baterai antara elektrolit dan elektroda negatif menghasilkan elektron bebas, masing-masing muatan negatif berada di (-) terminal atau anoda. Reaksi kimia antara elektrolit dan elektroda positif (+) di dalam baterai menghasilkan kelebihan ion positif (+) (atom yang kehilangan elektron, dengan demikian dengan muatan positif bersih) di terminal (+) atau katoda baterai.



Gambar 2.6 Anatomi baterai pada *Solid Electrolyte Interface*

Listrik (pompa) tekanan atau potensi perbedaan antara positif dan negatif terminal disebut tegangan atau kekuatan gaya gerak listrik (EMF). Logam atau material yang berbeda memasukkan kontak atau terhubung melalui media konduksi akan memiliki kecenderungan elektron untuk melewati logam atau material dengan afinitas kecil elektron yang menjadi muatan positif. Dengan afinitas lebih besar, akan menjadi muatan negatif. Perbedaan potensi antara logam tersebut dapat membentuk

Laporan Tugas Akhir **Jurusan Teknik Material dan Metalurgi**



keseimbangan antara transfer elektron antar logam. Pada titik tersebut, titik "keseimbangan potensi", di mana terjadi keseimbangan perbedaan antara dua logam yang sama-sama kehilangan ion.

Arus mengalir dari terminal positif negatif sedangkan aliran elektron dari arah yang berlawanan. Dalam sel galvanik, ion positif membawa saat ini melalui sel dan elektron membawa arus di sirkuit eksternal.

Salah satu komponen yang terdapat pada baterai adalah elektrolit. Elektrolit dibagi menjadi dua yakni, cair dan padat. Sebagai baterai, kinerja elektrolit padat membutuhkan konduktivitas ion yang tinggi dan range yang luas dari stabilitas termodinamika. Walaupun elektrolit padat untuk ion multivalent menawarkan keuntungan transfer yang lebih besar, konduktivitas mereka cenderung lebih rendah daripada ion monovalent pada temperatur tertentu dikarenakan entalpi aktivasi lebih tinggi dari gerakan ion yang disebabkan oleh interaksi elektrostatik yang kuat antara mobilitas dan radius dari ion bergerak.

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



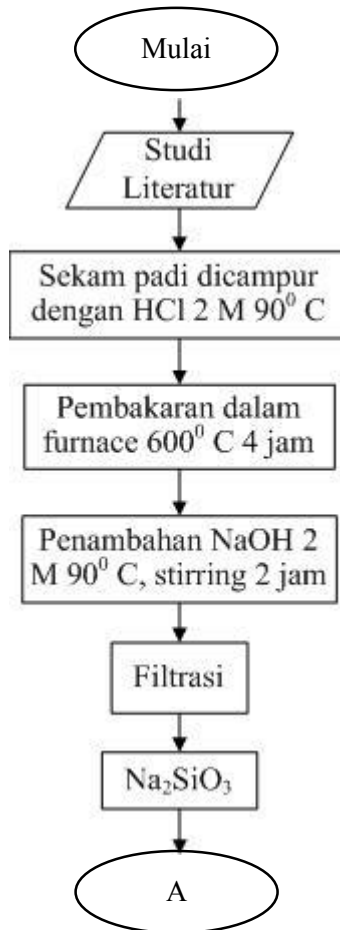
Halaman ini sengaja dikosongkan

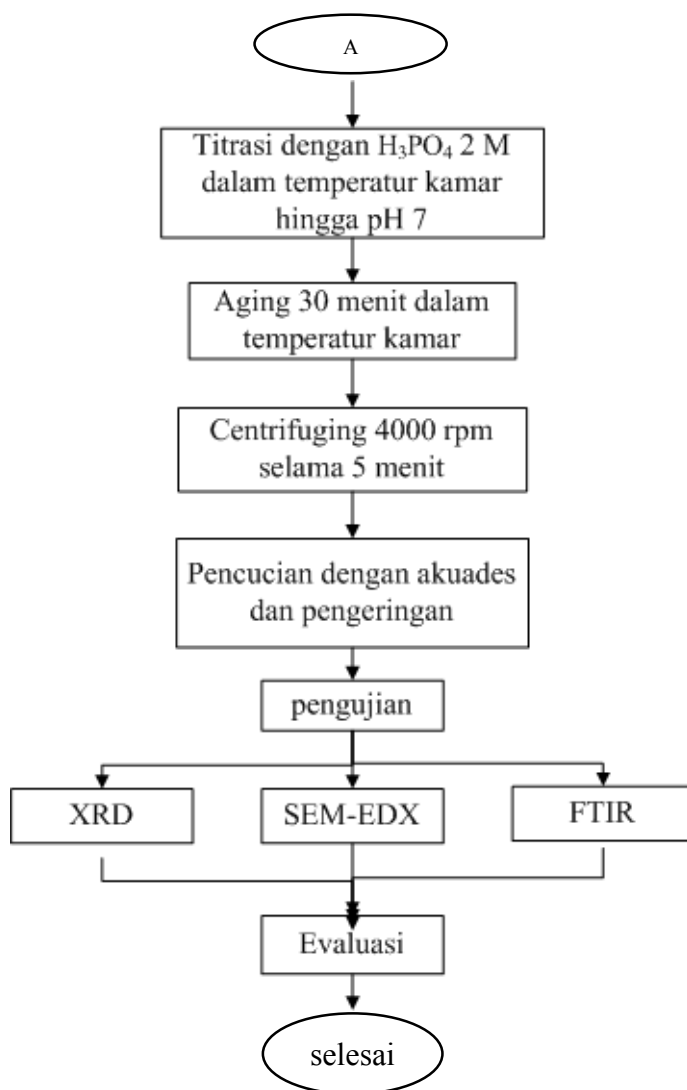


BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir

Dalam penelitian ini, terdapat dua tahapan yang akan dilaksanakan, yakni tahap ekstraksi silika dari sekam padi dan pembentukan NASICON.

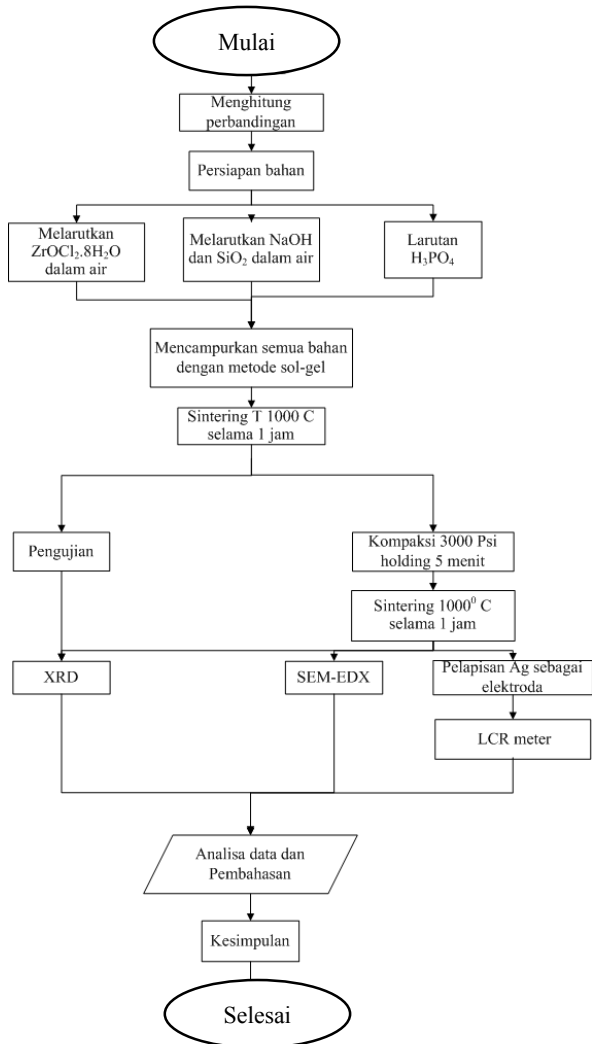




Gambar 3.1 Diagram Alir Tahap Ekstraksi Silika

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi





Gambar 3.2 Digaram Alir Pembuatan NASICON

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk Natrium Hidroksida (NaOH)
2. Larutan asam fosfat 85% (H_3PO_4)
3. Serbuk Zirkonium Oksida Diklorida Oktahidrat ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)
4. Sekam Padi
5. Larutan Asam klorida (HCl) 37%

3.3 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Timbangan Digital
Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa serbuk.
2. *Spatula*
Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang akan digunakan.
3. *Crucible*
Crucible digunakan sebagai wadah specimen saat kalsinasi maupun sintering.
4. *Dies*
Dies digunakan untuk cetakan kompaksi
5. Mesin Kompaksi
Mesin kompaksi digunakan untuk mencetak sampel menjadi bentuk pellet.
6. *Furnace*
Furnace digunakan untuk proses pengeringan dan kalsinasi.
7. Kertas Saring

Laporan Tugas Akhir

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Kertas saring digunakan untuk memisahkan ampas hasil dari reaksi sekam padi dengan larutan NaOH 1 M dan endapan NASICON.

8. Gelas Ukur
Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume larutan yang akan digunakan.
9. Pengujian
SEM, XRD, Uji Impedansi, FTIR

3.3 Rancangan Penelitian

Untuk pelaksanaan penelitian, di bawah ini adalah rancangan penelitian untuk proses pembuatan NASICON yang akan dilakukan.

Tabel 3.1 Rancangan Penelitian

No	Material	SEM-EDX	XRD	FTIR	LCR meter
1.	Sekam padi	V	V	V	
2.	Hasil ekstraksi sekam padi	V	V	V	
3.	NASICON, $x=1,5$		V		V
4.	NASICON, $x=2$		V		V
5.	NASICON, $x=2,5$		V		V

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Bahan

3.4.1.1 Ekstraksi Silika

Ekstraksi silika (SiO_2) dilakukan dengan cara menambahkan HCl 2 M sebanyak 100 ml sambil dipanaskan dengan temperatur



90⁰ C selama dua jam. Kemudian dicuci hingga pH 7 dan dipanaskan dalam muffle furnace 600⁰ C selama 4 jam. Hasil pemanasan tersebut direaksikan dengan NaOH 2 M sebanyak 100 ml dengan *stirring* 90⁰ C selama 2 jam. Setelah itu dibiarkan mendingin dan disaring ampasnya menggunakan kertas saring. Larutan hasil saringan dititrasi dengan larutan H₃PO₄ 2 M sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 7. Setelah itu, dibiarkan 30 menit untuk proses aging.

Proses aging selesai, dimasukkan dalam mesin centrifuge 4000rpm selama 5 menit kemudian dilanjutkan dengan mencuci endapan yang terbentuk dengan akuades. Endapan tersebut dicuci minimal tiga kali hingga tidak berkeruh. Endapan tersebut kemudian dilakukan pengeringan (*drying*) dengan suhu 100⁰ C selama dua jam. Hasil dari proses pengeringan tersebut diambil sampel kemudian dilakukan pengujian.

3.4.2 Proses Pembuatan NASICON

3.4.2.1 Persiapan Bahan untuk Metode Sol-gel

Dalam tahap ini bahan-bahan yang digunakan (NaOH, Larutan H₃PO₄, ZrOCl₂.8H₂O, SiO₂) dihitung perbandingan molarnya dalam larutan. Dengan tiga variasi mol SiO₂ yakni 1,5;2; dan 2,5. Dari variasi tersebut akan didapat perbandingan yang berbeda untuk pembuatan NASICON. Melarutkan SiO₂ sesuai perbandingan dengan NaOH yang telah dilarutkan dalam akuades. Begitu pula dengan , ZrOCl₂.8H₂O dan H₃PO₄ dilarutkan dalam akuades sesuai

3.4.2.2 Proses Sintering

Setelah mencampurkan seluruh bahan berdasarkan perbandingannya, bahan-bahan tersebut disintering dengan furnace dalam temperatur 1000⁰ C selama tiga jam.

3.4.3. Pengujian

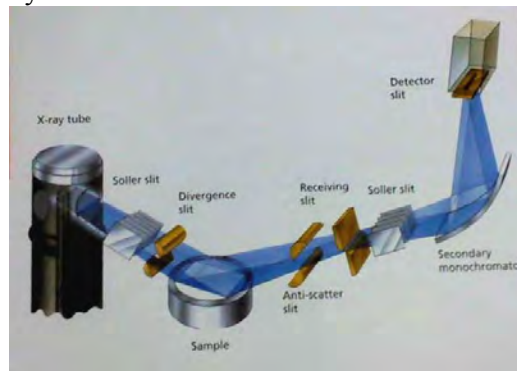
Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, struktur dan sifat elektrik dari NASICON dengan variasi komposisi dalam pembentukannya. Pengujian yang akan dilakukan sebagai berikut:



3.4.3.1 XRD

Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari Silika maupun NASICON. Uji difraksi Sinar-X (XRD) dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (pellet) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.3 Skema Alat Uji XRD

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.2 berikut:

1. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X.
2. Sampel berbentuk pelet diletakkan diatas tatakan yang dapat diatur.



3. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
4. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d.

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD menggunakan analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif
Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data ICDD.
2. Analisa Kuantitatif
Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran Kristal yang terbentuk dari data XRD.

3.4.3.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Pengujian SEM dilakukan terhadap NASICON dan hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Mikroskopi* (SEM) berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*. Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi



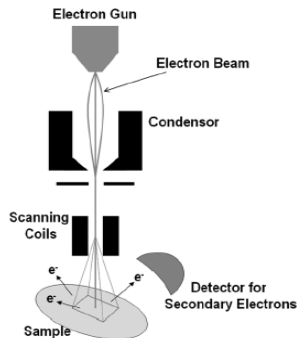
untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada holder yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada holder dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer



Gambar 3.4 Skema Alat Uji SEM

3.4.3.3 FTIR

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika.

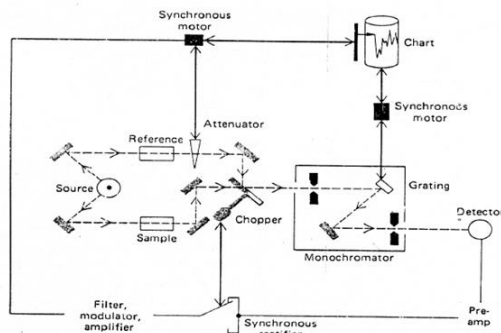
Sistem optik Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR) ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer Infra Red yang



didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik Fourier Transform Infra Red.

Pada sistem optik Fourier Transform Infra Red digunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red adalah Tetra Glycerine Sulphate (disingkat TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.



Gambar 3.5 Skema Uji FTIR

3.4.3.4 LCR Meter

LCR meter adalah bagian dari peralatan tes elektronik yang digunakan untuk mengukur inductance (L), capacitance (C), dan resistance (R) dari komponen. Dalam versi sederhana dari nilai-nilai alat ini sebenarnya dari kuantitas ini tidak diukur,



melainkan dengan impedansi yang diukur secara internal dan dikonversi untuk ditampilkan dengan kapasitansi yang sesuai atau nilai induktansi. Bacaan akan cukup akurat jika kapasitor atau induktor perangkat yang diuji tidak memiliki komponen resistif signifikan impedansi. Desain yang lebih canggih mengukur induktansi atau kapasitansi, dan juga resistansi seri setara kapasitor dan faktor Q komponen induktif.

Biasanya perangkat yang diuji disambungkan ke sumber tegangan AC. Meteran mengukur tegangan dan menemukan arus melalui DUT. Dari rasio tersebut meteran dapat menentukan besarnya impedansi. Meteran LCR juga dapat digunakan untuk menilai variasi induktansi sehubungan dengan posisi rotor dalam mesin magnet permanen (namun harus berhati-hati karena beberapa meter LCR bisa rusak oleh dihasilkan EMF yang dihasilkan dengan memutar rotor di mesin magnet permanen).

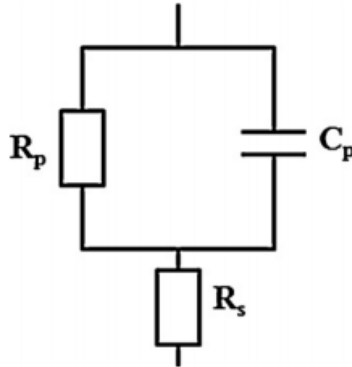
Pegangan LCR meter biasanya memiliki uji frekuensi dari 100 Hz, 120 Hz, 1kHz, 10kHz, dan 100kHz untuk akhir meter atas. Resolusi layar dan pengukuran kemampuan jangkauan biasanya akan berubah dengan uji frekuensi.

Induktansi, kapasitansi, perlawanan, dan faktor disipasi juga dapat diukur oleh berbagai bridge circuits. Mereka melibatkan menyesuaikan variabel elemen dikalibrasi hingga sinyal pada detektor menjadi nol, daripada mengukur impedansi dan sudut fase.

Awal jembatan LCR komersial menggunakan berbagai teknik yang melibatkan pencocokan atau “nulling” dari dua sinyal yang berasal dari satu sumber. Sinyal pertama dihasilkan dengan menerapkan tes sinyal untuk diketahui dan sinyal kedua yang dihasilkan dengan memanfaatkan kombinasi dikenal dengan nilai standar R dan C. Sinyal itu disimpulkan melalui detektor (biasanya meter panel dengan atau tanpa beberapa tingkat amplifikasi). Ketika arus nol tercatat dengan mengubah nilai standar dan mencari “null” di panel meter, dapat diasumsikan bahwa besarnya arus yang melalui diketahui adalah sama dengan yang standar dan



bahwa fase persis sebaliknya (180 derajat terpisah). Kombinasi standar yang dipilih bisa diatur untuk membaca C dan DF langsung



yang merupakan nilai yang tepat dari standar yang tidak diketahui.

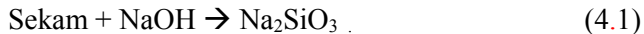
Gambar 3.6 Rangkaian pada Pengujian LCR Meter



BAB IV
ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Proses Sol-Gel Ekstraksi Silika dan NASICON

Bahan yang digunakan untuk ekstraksi silika adalah 50 gram sekam padi, 50 ml NaOH 2 M, dan H₃PO₄ 2 M. Terdapat dua tahap reaksi pada proses ini, yaitu reaksi dengan NaOH dan titrasi dengan H₃PO₄. Untuk mendapatkan natrium silikat (Na₂SiO₃) adalah dengan menyaring sekam yang telah dibakar dengan temperatur 600⁰ C selama 4 jam yang telah di-*stirring* dengan NaOH 2 M selama 2 jam. Reaksi yang sebagai berikut:

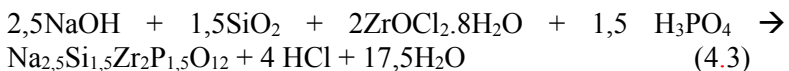


Hasil reaksi pada persamaan 4.1 kemudian disaring dan dititrasi dengan H₃PO₄ 2 M hingga terbentuk gel. Reaksi yang terjadi adalah:

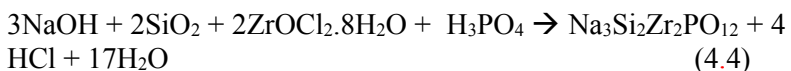


Gel tersebut berwarna putih transparan yang kemudian dikeringkan dan diuji XRD, FTIR, dan SEM.

NASICON dibuat dengan menggunakan metode sol-gel dari NaOH, SiO₂ (hasil ekstraksi), ZrClO₂.8H₂O, dan H₃PO₄. Sebelumnya, bahan-bahan tersebut disiapkan sesuai dengan perbandingan mol pada metode sol-gel. Untuk x=1,5, reaksi yang berlangsung

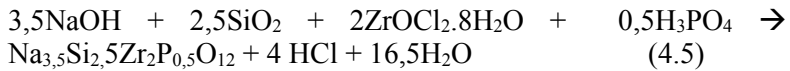


Untuk x=2, reaksi yang berlangsung:





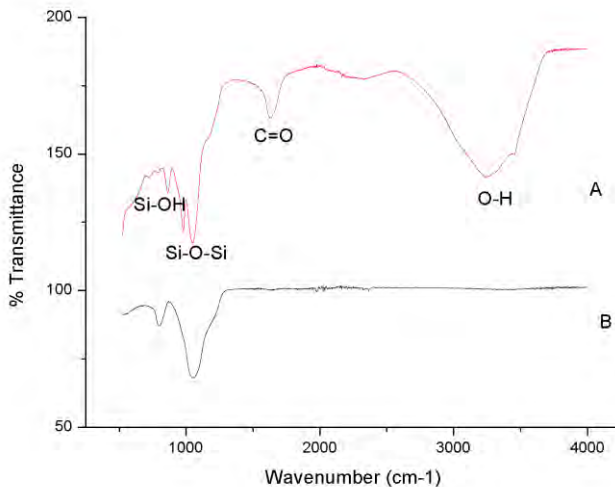
Untuk $x=2,5$, reaksi yang berlangsung:



Dari perbandingan tersebut, diperoleh massa atau molaritas yang dibutuhkan untuk sintesa NASICON dengan komposisi tertentu. Bahan-bahan tersebut dilarutkan dalam akuades kemudian distirring hingga membentuk endapan. Endapan yang dihasilkan dari reaksi tersebut berwarna putih.

4.2 Analisa Hasil FTIR

Sampel FTIR berupa serbuk dari sekam yang telah diperlakukan menggunakan HCl kemudian dibakar dengan temperatur 650^0 C dan silika hasil ekstraksi tersebut.



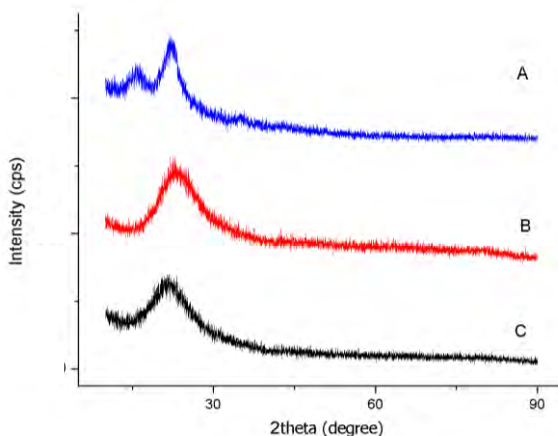
Gambar 4.1 Hasil uji FTIR (B) Sekam padi dan (A) silika hasil ekstraksi



Gambar 4.1 merupakan hasil dari pengujian FTIR dari sekam padi yang telah dibakar dan silika hasil ekstraksi. Terdapat persamaan puncak pada sekam maupun hasil ekstraksi. Persamaan puncak yang dimaksud berada pada range 1050—1115 yang merupakan vibrasi dari Si-O-Si. Hal itu menunjukkan adanya kandungan Si pada sekam.

Puncak hasil ekstraksi juga mengindikasikan adanya unsur Si dalam sampel. Puncak range 800-870 merupakan vibrasi OH dari Si-O. Seperti pada sekam, puncak selanjutnya berada pada range 1050-1115 yang merupakan vibrasi dari Si-O-Si. Dan puncak yang paling kiri, berada pada range 3000-4000 merupakan vibrasi dari OH. Selain itu, teridentifikasi ikatan C=O yang terdapat pada sampel silika. Hal ini sangat mungkin terjadi, karena silika yang dihasilkan merupakan bentuk amorfus yang mudah bereaksi dengan senyawa lain.

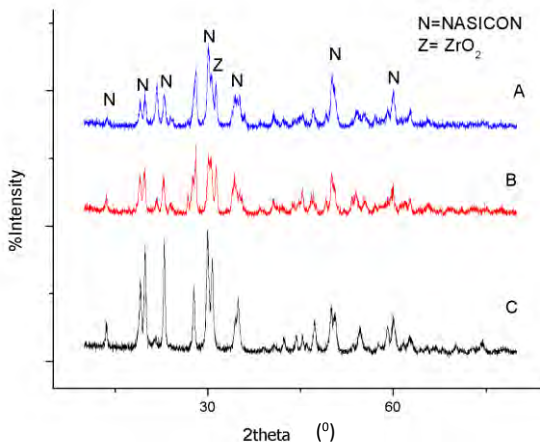
4.3 Analisa Hasil XRD



Gambar 4.2 Hasil XRD dari sampel (A) Sekam padi sebelum dibakar (B) SiO_2 hasil ekstraksi (C) sekam setelah leaching HCl dan kalsinasi 600°C



Gambar 4.2 merupakan difraktogram untuk serbuk sekam padi dan sekam setelah pemanasan 600°C. Pola difraksi arang sekam (Gambar 4.2.A) menunjukkan profil kurva amorfus karena pada 2-theta sekitar 20° memperlihatkan kurva yang lebar. Demikian juga setelah dipanaskan memperlihatkan kurva yang lebar namun sudah semi-kristalin ditunjukkan dengan puncak difraksi menunjuk pada angka 2-theta = 26°. Posisi sudut difraksi tersebut mengarah pada pembentukan fasa SiO_2 yang bersesuaian dengan ICDD # 01-089-8951. Perbandingan kedua kurva menunjukkan bahwa arang sekam berpotensi sebagai sumber silika (SiO_2). Gambar 4.2 (B) merupakan difraktogram dari silika hasil ekstraksi yang terlihat bahwa profil kurva berbentuk amorfus. Dari perbandingan ketiga kurva tersebut, dapat disimpulkan bahwa sekam dengan melalui proses *acid leaching* dapat menghasilkan silika.



Gambar 4.3 Difraktogram serbuk NASICON setelah sintering temperature 1000°C untuk $\text{Na}_{1+x}\text{Si}_x\text{Zr}_2\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$ penambahan SiO_2 untuk (A) $x=2,5$ (B) $x=2$ (C) $x=1,5$

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Gambar 4.3 merupakan pola difraksi dari serbuk NASICON setelah sintering temperature 1000°C. Berdasarkan data difraktogram pada Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi yang hampir sama untuk penambahan silika ($X = 1,5$; 2 dan 2,5). Pada penambahan 1,5 mol SiO_2 mengindikasikan adanya fasa NASICON bersesuaian dengan ICDD #01-084-1317 pada 2-theta = 19,85°. Berdasarkan data kristalografi, struktur kristal NASICON adalah monoklinik. Hasil analisis kualitatif juga menunjukkan masih adanya fasa zirconia ZrO_2 dengan ICDD #01-083-0942.

Penambahan silika $x = 2$ juga menghasilkan NASICON dengan fasa NASICON dan ZrO_2 . Demikian juga dengan penambahan SiO_2 untuk $x = 2,5$ menghasilkan NASICON dan ZrO_2 . Hasil sintesa NASICON dengan variabel $x = 1,5$; 2 dan 2,5 pada sintering 1000°C menghasilkan NASICON dengan struktur Kristal monoklinik. Produk lain dari sintesa tersebut adalah ZrO_2 (zirconia). Variabel penambahan silika dan sintering 1000°C belum menghasilkan fasa tunggal NASICON masih menyisakan zirconia sebagai produk reaksi. Bila mengacu pada kesetimbangan reaksi pada persamaan 4.5 maka zirconia habis bereaksi namun berdasarkan data difraksi pada Gambar 4.3, zirconia masih belum bereaksi secara sempurna. Sehingga diperlukan upaya peningkatan temperature sintering atau perlu dilakukan sintering ulang untuk menghasilkan NASICON fasa tunggal.

Dari hasil XRD tersebut, dapat pula dihitung ukuran kristal dari NASICON dengan rumus Debye Scherrer pada tabel 4.1:

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta}$$

D merupakan ukuran kristal dalam Å, λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam pengujian XRD yaitu 1,54056 Å, dan B adalah lebar setengah puncak dalam radian. θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak. Hasil XRD juga menunjukkan

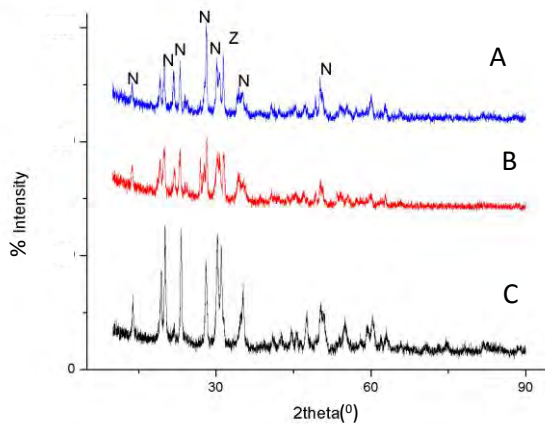
Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



FWHM untuk dapat menentukan nilai $B(\text{rad})$. Dari perhitungan tersebut, didapatkan ukuran kristal NASICON:

Tabel 4.1 Ukuran Kristal NASICON

Komposisi (x)	$\lambda(\text{\AA})$	$B(\text{rad})$	$\theta(^{\circ}\text{C})$	$D(\text{\AA})$
1,5	1,54056	0,00549	14,9707	261,60
2	1,54056	0.0049	15,0412	293.010
2,5	1,54056	0.00618	15,416	388.121



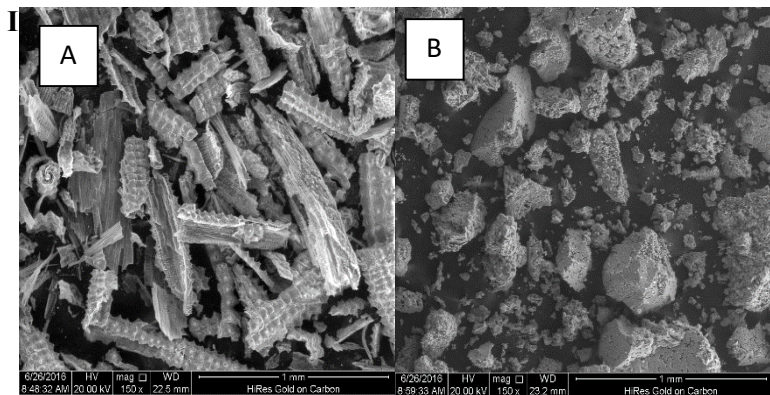
Gambar 4.4 Difraktogram serbuk NASICON setelah sinting ulang pada temperatur 1000°C untuk $\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$ penambahan SiO_2 untuk (A) $x=2,5$ (B) $x=2$ (C) $x=1,5$

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Gambar 4.4 merupakan pola difraksi dari NASICON setelah dikompaksi dan sintering kedua pada temperatur 1000°C dengan waktu tahan 1 jam. Hasil analisis kualitatif pada penambahan silika $x = 1,5$ setelah sintering kedua hingga 1000°C mengindikasikan adanya NASICON fasa Na rhombohedral dengan $2\text{-theta} = 20,11^\circ$ bersesuaian dengan ICDD #01-079-1804. Fasa NASICON mempunyai struktur kristal rhombohedral. Analisis kualitatif pada penambahan silika $x = 2$ dan $x = 2,5$ setelah sintering kedua pada 1000°C mengindikasikan fasa yang sama yaitu NASICON fasa rhombohedral dan ZrO_2 . Hasil sintering kedua menyebabkan transformasi struktur kristal NASICON dari monoklinik menuju rhombohedral.

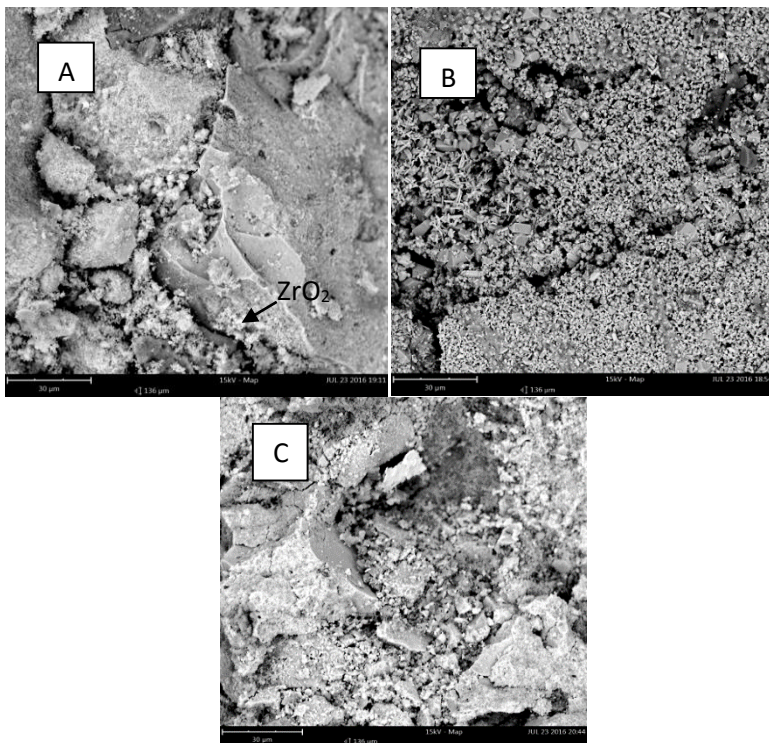
Selain teridentifikasi NASICON, puncak zirkonia (ZrO_2) juga teridentifikasi. Keberadaan puncak zirkonia ini menunjukkan bahwa unsur sebagian kandungan zirkon pada NASICON berdiri sendiri membentuk zirkonia. Keberadaan zirkonia berbeda pada setiap komposisi. Terlihat pada intensitasnya, puncak zirkonia paling kecil terdapat pada NASICON dengan komposisi $x=2,5$. Hal ini sejalan dengan penelitian Boilot (1979) bahwa penambahan nilai x , yang berarti juga penambahan SiO_2 , dapat mengurangi unsur zirkon dalam bentuk bebas.





Gambar 4.5 Hasil Pengujian SEM pada (A) Sekam Padi yang telah dibakar dan (B) SiO_2 hasil ekstraksi

Gambar 4.5 menunjukkan hasil pengujian SEM pada sekam padi yang telah dibakar dan silika hasil ekstraksi. Pada gambar 4.5 (A), sekam padi yang telah dibakar memiliki permukaan yang tidak rata namun berpola. Dari hasil tersebut, diketahui panjangnya sekitar 1 mm. Pada gambar 4.3 (B), silika hasil ekstraksi terlihat memiliki permukaan yang berlubang-lubang (porous). Selain itu, ukuran dari partikel hasil ekstraksi tersebut tidak seragam.

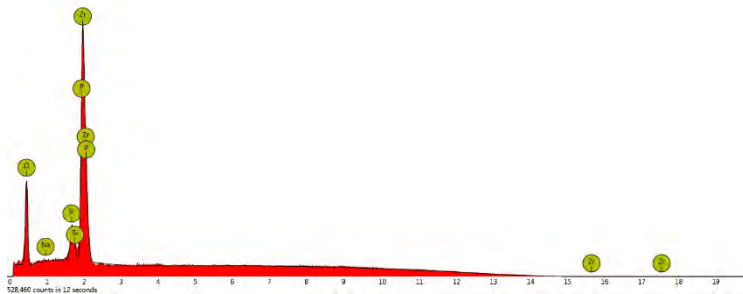




Gambar 4.6 Hasil Pengujian SEM pada NASICON (A) $X=1,5$ (B) $X=2$ (C) $X=2,5$

Sampel NASICON untuk pengujian SEM adalah hasil dari kompaksi NASICON dalam bentuk pelet. Dari pelet tersebut, didapat morfologi dari pengujian SEM seperti pada gambar 4.6.

Gambar 4.6(A) merupakan bentuk morfologi dari NASICON dengan $X=1,5$. Dari gambar tersebut terlihat permukaan pelet yang tidak rata yang juga tertutupi oleh serbuk-serbuk ZrO_2 . Gambar 4.6(B) merupakan bentuk morfologi dari NASICON dengan $x=2$. Dari gambar tersebut, terlihat bahwa bentuk sampel tidak rata bahkan berporos. Kemungkinan dari ketidakrataan ini adalah kurang lamanya waktu 'hold' ketika proses kompaksi. Selain itu, ZrO_2 juga terdapat pada sampel ini. Gambar 4.6 (C) merupakan bentuk morfologi dari NASICON dengan komposisi $x=2,5$. Terlihat NASICON tertutupi oleh ZrO_2 namun lebih sedikit. Selain itu, pelet tidak terkompaksi sempurna, sehingga menghasilkan permukaan yang tidak rata.



Gambar 4.7 Hasil uji EDX pada sampel NASICON $x=2$

IV.2.2 Analisa Konduktivitas dan Hasil Pengujian LCR Meter

Sampel untuk pengujian LCR meter berupa pelet serbuk NASICON yang telah dikompaksi dan disinter ulang dengan temperatur 1000^0 C. Setelah itu, sampel dilapisi perak konduktif

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



sebagai elektroda. Hasil dari LCR meter berupa data yang berisi nilai frekuensi, resistansi (R), dan impedansi (Z). Dari data tersebut akan diperoleh nilai konduktivitas dengan rumus (Ruswanti, 2012):

$$\sigma = \frac{t}{L \times Z}$$

σ = konduktivitas ionik (S/cm)

t = tebal spesimen (cm)

L = Luas permukaan (cm²)

Z = impedansi total (Ω)

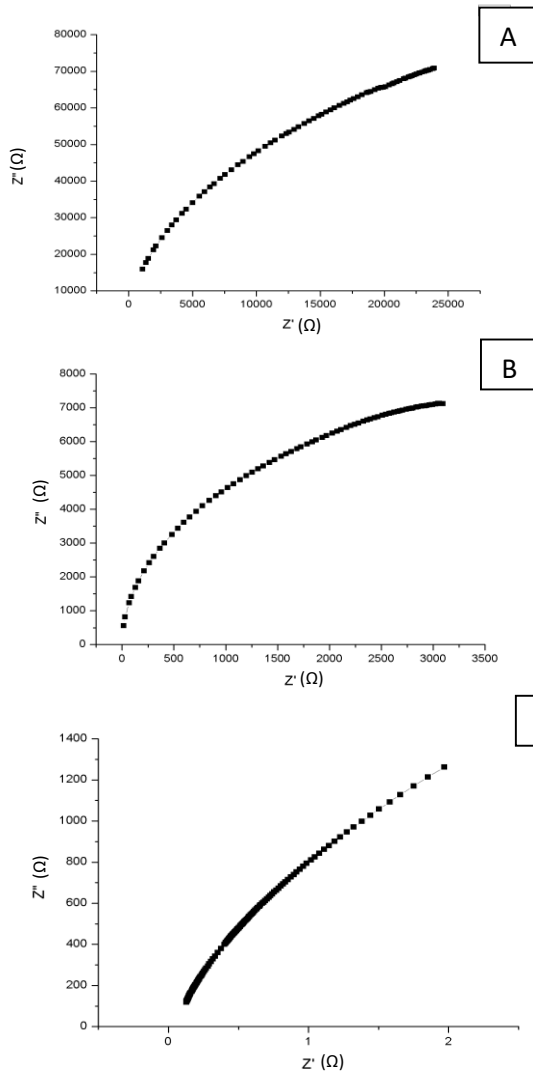
Dengan rumus tersebut, diperoleh nilai konduktivitas setiap komposisi pada frekuensi 999 kHz pada tabel 4.1.

Tabel 4.2 Nilai konduktivitas NASICON dengan beda komposisi

Komposisi NASICON	Konduktivitas (S/cm)	Impedansi (Ω)
$\text{Na}_{2,5}\text{Si}_{1,5}\text{Zr}_2\text{P}_{1,5}\text{O}_{12}$	$4,60 \times 10^{-7}$	$1,16 \times 10^5$
$\text{Na}_3\text{Si}_2\text{Zr}_2\text{PO}_{12}$	$7,61 \times 10^{-6}$	$6,88 \times 10^4$
$\text{Na}_{3,5}\text{Si}_{2,5}\text{Zr}_2\text{P}_{0,5}\text{O}_{12}$	$7,84 \times 10^{-7}$	$8,1 \times 10^4$

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa konduktivitas NASICON tertinggi diperoleh NASICON dengan komposisi x=2. Hal ini sejalan dengan Goodenough (1975) yang mengatakan bahwa konduktivitas maksimal NASICON diperoleh pada komposisi $1,8 \leq x \leq 2,2$.

Laporan Tugas Akhir Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Gambar 4.5 Nyquist plot NASICON (A) $x=1,5$ (B) $x=2$ (C) $x=2,5$



Gambar 4.5 merupakan Plot Nyquist yang diperoleh setelah melakukan perhitungan dengan rumus (Vadim, 2012):

$$Z' = \frac{R}{1+(2\pi fCR)^2}$$

$$Z'' = \frac{2\pi fCR^2}{1+(2\pi fCR)^2}$$

f : Frekuensi (Hz)

C: Kapasitansi (F)

R: Resistansi (Ω)

Nyquist plot ketiga komposisi tersebut menunjukkan kecenderungan grafik menuju setengah lingkaran. Hal ini mengindikasikan bahwa NASICON bersifat semikonduktor. Adanya sifat ini memungkinkan bahwa NASICON dapat menjadi kandidat sebagai elektrolit padat baterai.

NASICON dengan konduktivitas seperti pada tabel 4.2 tidak direkomendasikan untuk perangkat baterai lithium. Konduktivitas yang diperlukan untuk salah satu perangkat dalam baterai lithium tersebut adalah lebih dari 10^{-4} S/cm pada temperatur -40° C sampai 90° C (Ghufira, 2013). Namun, hasil nyquist plot dari NASICON pada penelitian ini bersifat semikonduktor yang masih memungkinkan untuk menjadi salah satu komponen baterai. Menurut Goodenough (1975), NASICON pada temperatur lebih dari 300° C memiliki performa sama dengan natrium β -alumina. Dengan demikian, NASICON memiliki potensi untuk menjadi komponen baterai bukan pada temperatur kamar, melainkan pada temperatur 300° C.

Name and formula

Reference code:	01-084-1317
Compound name:	Sodium Zirconium Silicon Phosphorus Oxide
Common name:	nasicon, syn
Empirical formula:	$\text{Na}_{3.12}\text{O}_{12}\text{P}_{0.88}\text{Si}_{2.12}\text{Zr}_2$
Chemical formula:	$\text{Na}_{3.12}\text{Zr}_2\text{Si}_{2.12}\text{P}_{.88}\text{O}_{12}$

Crystallographic parameters

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	B2/b
Space group number:	15
a (Å):	15.6690
b (Å):	9.2460
c (Å):	9.0550
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	124.2000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	1085.00
Z:	4.00
RIR:	1.12

Subfiles and quality

Subfiles:	ICSD Pattern Inorganic
-----------	---------------------------

Quality: Mineral
Blank (B)

Comments

ANX: A2B3C3X12
Creation Date: 11/20/2008
Modification Date: 1/19/2011
ANX: A2B3C3X12
Analysis: Na3.12 O12 P0.88 Si2.12
Zr2
Formula from original source: Na3.12 Zr2 Si2.12 P.88 O12
ICSD Collection Code: 202278
Temperature of Data Collection: 293 K
Minor Warning: 7%<R factor<12% (for
single crystal)
Significant Warning: Reported displacement
parameters on non H atoms
are outside the range
0.001<U<0.1. Ueq=0.012
used in the calculation
Wyckoff Sequence: f10 e2 c(B112/B)
Unit Cell Data Source: Single Crystal.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using
POWD-12+ +, (2004)*
Structure: Boilot, J.P., Collin, G.,
Colomban, P., *Mater. Res.
Bull.*, **22**, 669, (1987)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]
I [%]					

1	1	0	1	7.42260	11.913
0.2					
2	-1	1	1	6.47980	13.655
56.4					
3	2	0	0	6.47980	13.655
56.4					
4	-2	2	0	4.63270	19.143
100.0					
5	1	1	1	4.63270	19.143
100.0					
6	-3	1	1	4.52430	19.606
83.7					
7	0	0	2	4.52430	19.606
83.7					
8	-1	2	1	3.95710	22.450
4.3					
9	0	1	2	3.88880	22.850
40.9					
10	-3	2	1	3.88880	22.850
40.9					
11	0	2	0	3.82360	23.245
1.5					
12	2	0	2	3.70320	24.011
5.0					
13	-4	2	0	3.70320	24.011
5.0					
14	-2	2	2	3.23380	27.561
61.9					
15	4	0	0	3.23380	27.561
61.9					
16	1	2	1	3.02560	29.499
0.2					
17	2	1	2	2.98290	29.931
0.8					
18	-5	2	1	2.93890	30.390
27.0					
19	-4	1	2	2.93890	30.390
27.0					
20	-3	3	1	2.92460	30.542

86.4					
21	3	1	1	2.92460	30.542
86.4					
22	-1	1	3	2.86920	31.147
3.9					
23	-4	2	2	2.86920	31.147
3.9					
24	2	2	0	2.69590	33.205
2.7					
25	-1	3	1	2.69590	33.205
2.7					
26	1	1	3	2.63370	34.013
28.0					
27	4	0	2	2.63370	34.013
28.0					
28	-5	3	1	2.62790	34.090
16.3					
29	-3	1	3	2.61330	34.286
62.9					
30	-6	2	0	2.61330	34.286
62.9					
31	-2	3	2	2.51230	35.710
0.1					
32	-1	2	3	2.49180	36.014
1.6					
33	5	0	1	2.49180	36.014
1.6					
34	3	0	3	2.47420	36.279
1.0					
35	-3	2	3	2.47420	36.279
1.0					
36	2	2	2	2.31640	38.846
1.8					
37	-4	4	0	2.31020	38.955
3.8					
38	-6	2	2	2.26220	39.816
1.7					
39	0	0	4	2.26220	39.816
1.7					

40	0	3	2	2.22120	40.583
1.8					
41	-3	4	1	2.22120	40.583
1.8					
42	-2	4	0	2.19970	40.997
7.0					
43	1	2	3	2.19970	40.997
7.0					
44	-5	4	1	2.19380	41.112
3.4					
45	0	1	4	2.17100	41.564
10.3					
46	-6	1	2	2.17100	41.564
10.3					
47	-7	2	1	2.16380	41.709
3.8					
48	-5	2	3	2.16380	41.709
3.8					
49	3	1	3	2.15990	41.788
3.3					
50	6	0	0	2.15990	41.788
3.3					
51	-6	4	0	2.15580	41.871
4.1					
52	-3	3	3	2.15580	41.871
4.1					
53	-5	1	3	2.13680	42.261
3.5					
54	-7	3	1	2.13680	42.261
3.5					
55	-4	4	2	2.06030	43.910
11.1					
56	-1	3	3	2.06030	43.910
11.1					
57	-7	1	1	2.03430	44.501
19.3					
58	-5	3	3	2.03430	44.501
19.3					
59	-1	4	1	2.01460	44.960

0.4					
60	-2	4	2	1.97850	45.826
14.6					
61	5	0	3	1.96590	46.137
0.9					
62	2	1	4	1.96590	46.137
0.9					
63	-7	4	1	1.96140	46.249
2.1					
64	0	2	4	1.94940	46.550
27.6					
65	6	0	2	1.94940	46.550
27.6					
66	-6	4	2	1.94440	46.677
13.6					
67	-4	2	4	1.93180	47.000
5.2					
68	-8	2	0	1.93180	47.000
5.2					
69	0	4	0	1.91180	47.522
4.3					
70	4	0	4	1.85570	49.051
1.2					
71	-8	4	0	1.85160	49.167
1.2					
72	2	3	2	1.84250	49.426
0.9					
73	4	2	2	1.81610	50.194
21.5					
74	1	3	3	1.81610	50.194
21.5					
75	-5	5	1	1.81080	50.351
18.3					
76	-5	4	3	1.81080	50.351
18.3					
77	-4	3	4	1.80130	50.635
0.8					
78	-7	2	3	1.79280	50.892
1.1					

79	-8	3	2	1.79280	50.892
1.1					
80	-8	2	2	1.77550	51.424
0.9					
81	-7	3	3	1.77550	51.424
0.9					
82	0	4	2	1.75920	51.936
0.5					
83	-3	5	1	1.75920	51.936
0.5					
84	5	1	3	1.73440	52.735
4.6					
85	2	2	4	1.73440	52.735
4.6					
86	-7	5	1	1.72920	52.906
1.5					
87	1	1	5	1.71680	53.319
10.6					
88	-7	1	3	1.71680	53.319
10.6					
89	-8	4	2	1.71380	53.419
9.4					
90	-9	3	1	1.71110	53.510
23.4					
91	-3	1	5	1.71110	53.510
23.4					
92	0	3	4	1.69440	54.080
0.3					
93	6	1	2	1.69440	54.080
0.3					
94	-6	5	2	1.68950	54.250
0.2					
95	4	1	4	1.68340	54.463
0.1					
96	-8	1	2	1.67470	54.769
1.8					
97	-1	2	5	1.67470	54.769
1.8					
98	-6	1	4	1.67010	54.933

1.0					
99	-9	2	1	1.67010	54.933
1.0					
100	-6	3	4	1.66730	55.033
1.1					
101	-9	4	1	1.66730	55.033
1.1					
102	8	0	0	1.61990	56.787
1.3					
103	-4	4	4	1.61690	56.902
1.8					
104	2	4	0	1.60350	57.421
4.1					
105	-1	5	1	1.60350	57.421
4.1					
106	7	1	1	1.58020	58.349
9.8					
107	-5	5	3	1.57620	58.511
9.4					
108	-2	4	4	1.57620	58.511
9.4					
109	-3	3	5	1.56270	59.067
13.0					
110	6	0	4	1.56270	59.067
13.0					
111	-5	1	5	1.55390	59.435
1.0					
112	6	2	0	1.54420	59.846
2.9					
113	3	3	3	1.54420	59.846
2.9					
114	-6	6	0	1.54170	59.953
2.0					
115	-3	5	3	1.54170	59.953
2.0					
116	8	0	2	1.52520	60.669
0.6					
117	-7	5	3	1.52140	60.837
1.7					

118	2	4	2	1.51280	61.220
10.2					
119	-5	3	5	1.51280	61.220
10.2					
120	0	0	6	1.50810	61.431
7.8					
121	-9	3	3	1.50810	61.431
7.8					
122	-7	6	1	1.50220	61.699
1.4					
123	4	2	4	1.49140	62.195
6.1					
124	-8	6	0	1.48710	62.395
1.7					
125	-9	2	3	1.48040	62.709
0.6					
126	0	1	6	1.48040	62.709
0.6					
127	-10	3	2	1.47880	62.785
0.6					
128	-9	4	3	1.47880	62.785
0.6					
129	2	0	6	1.46980	63.213
0.4					
130	-8	2	4	1.46980	63.213
0.4					
131	0	4	4	1.46060	63.658
0.1					
132	6	2	2	1.46060	63.658
0.1					
133	-6	6	2	1.45810	63.780
0.1					
134	0	5	2	1.44760	64.298
1.5					
135	-3	6	1	1.44760	64.298
1.5					
136	5	3	1	1.43580	64.891
6.6					
137	-1	5	3	1.43580	64.891

6.6					
138	-8	4	4	1.43240	65.064
6.8					
139	-4	6	2	1.43240	65.064
6.8					
140	6	1	4	1.42180	65.610
0.5					
141	3	2	5	1.42180	65.610
0.5					
142	7	1	3	1.41590	65.918
4.5					
143	1	3	5	1.41590	65.918
4.5					
144	-5	4	5	1.41280	66.081
2.5					
145	-8	6	2	1.41280	66.081
2.5					
146	1	5	1	1.41090	66.181
2.6					
147	-2	6	0	1.41090	66.181
2.6					
148	-10	5	2	1.40780	66.346
1.6					
149	-7	2	5	1.40570	66.458
3.0					
150	-4	1	6	1.40570	66.458
3.0					
151	0	2	6	1.40420	66.538
3.0					
152	-11	4	1	1.40420	66.538
3.0					
153	-9	5	3	1.40150	66.683
0.9					
154	-7	3	5	1.39760	66.893
0.3					
155	-4	2	6	1.39760	66.893
0.3					
156	-10	6	0	1.37210	68.306
0.6					

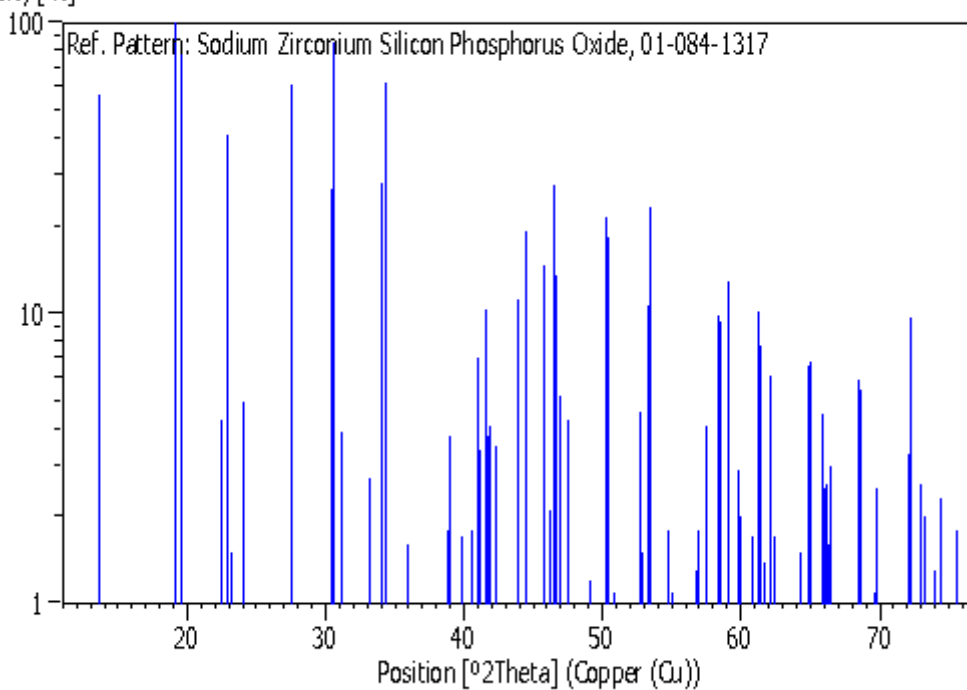
157	7	2	1	1.37210	68.306
0.6					
158	-7	1	5	1.36800	68.539
5.9					
159	4	0	6	1.36800	68.539
5.9					
160	-11	5	1	1.36560	68.676
5.5					
161	-7	6	3	1.35990	69.005
0.3					
162	-2	3	6	1.35000	69.583
0.7					
163	-10	1	2	1.35000	69.583
0.7					
164	-8	5	4	1.34800	69.701
1.1					
165	4	4	0	1.34800	69.701
1.1					
166	-2	6	2	1.34580	69.832
2.5					
167	-7	4	5	1.34580	69.832
2.5					
168	-1	6	1	1.32960	70.809
0.1					
169	3	4	3	1.32100	71.340
0.1					
170	2	2	6	1.31690	71.597
0.7					
171	8	0	4	1.31690	71.597
0.7					
172	-10	6	2	1.31400	71.779
0.6					
173	4	3	4	1.31400	71.779
0.6					
174	5	3	3	1.30930	72.077
3.3					
175	2	4	4	1.30930	72.077
3.3					
176	-12	4	0	1.30670	72.243

9.7					
177	-6	2	6	1.30670	72.243
9.7					
178	9	0	3	1.29960	72.701
0.2					
179	4	1	6	1.29440	73.040
2.6					
180	7	0	5	1.29440	73.040
2.6					
181	-11	6	1	1.29110	73.257
2.0					
182	1	5	3	1.29110	73.257
2.0					
183	-5	7	1	1.28890	73.402
1.0					
184	-6	3	6	1.28890	73.402
1.0					
185	-10	4	4	1.28060	73.957
1.3					
186	-11	3	3	1.28060	73.957
1.3					
187	-3	5	5	1.27450	74.370
2.3					
188	0	6	0	1.27450	74.370
2.3					
189	6	3	2	1.26880	74.762
0.1					
190	0	5	4	1.26730	74.865
0.1					
191	-11	1	1	1.26530	75.004
0.2					
192	-6	7	2	1.26530	75.004
0.2					
193	-4	4	6	1.26350	75.129
0.4					
194	-7	5	5	1.26350	75.129
0.4					
195	7	2	3	1.26120	75.290
0.9					

196	1	4	5	1.26120	75.290
0.9					
197	-10	2	4	1.25780	75.529
1.8					
198	1	1	7	1.25780	75.529
1.8					

Stick Pattern

Intensity [%]



Name and formula

Reference code: 01-079-1804

Compound name: Sodium Zirconium Phosphate Silicate

Empirical formula: $\text{Na}_{1.1}\text{O}_{12}\text{P}_{2.89}\text{Si}_{0.11}\text{Zr}_2$

Chemical formula: $\text{Na}_{1.1}\text{Zr}_2 (\text{PO}_4)_{2.89} (\text{SiO}_4)_{0.11}$

Crystallographic parameters

Crystal system: Rhombohedral

Space group: R-3c

Space group number: 167

a (Å): 8.8205

b (Å): 8.8205

c (Å): 22.7690

Alpha (°): 90.0000

Beta (°): 90.0000

Gamma (°): 120.0000

Volume of cell (10^6 pm^3): 1534.13

Z: 6.00

RIR: 2.20

Subfiles and quality

Subfiles: ICSD Pattern
Inorganic

Quality: Star (S)

Comments

ANX: A7B12C18X72

Creation Date: 11/15/2010

Modification Date: 1/19/2011

ANX: A7B12C18X72

ICSD Collection Code: 67012

Calculated Pattern Original Remarks: AE (P= P, Si): Na1: 6o O6; (Na2: 8ap O8); Zr: 6o O6; P: 4t O4; O1: 2n Zr P; O2: 3l Na Zr P. Unit Cell Data Source: Single Crystal.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*, (1997)

Structure: Hazen, R.M., Finger, L.W., Agrawal, D.K., McKinstry, H.A., Perrotta, J., *J. Mater. Res.*, **2**, 329, (1987)

Peak list

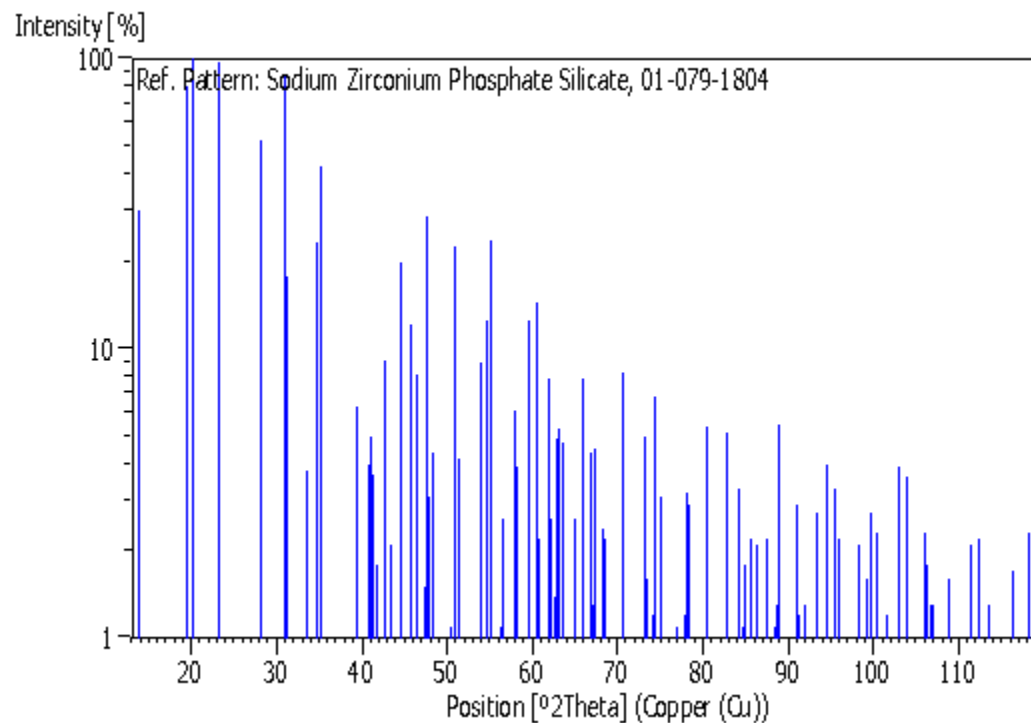
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	2	6.34320	13.950	30.1
2	1	0	4	4.56430	19.432	81.1
3	1	1	0	4.41020	20.118	100.0
4	1	1	3	3.81320	23.309	97.6
5	2	0	2	3.62100	24.565	0.6
6	0	2	4	3.17160	28.112	52.5
7	1	1	6	2.87650	31.066	88.6
8	2	1	1	2.86420	31.202	17.6
9	1	2	2	2.79860	31.953	0.2
10	0	1	8	2.66700	33.575	3.8
11	2	1	4	2.57490	34.814	23.2
12	3	0	0	2.54630	35.218	42.6
13	1	2	5	2.43840	36.831	0.1
14	2	0	8	2.28220	39.452	6.3
15	2	2	0	2.20510	40.892	4.0
16	1	1	9	2.19450	41.099	5.0
17	1	0	10	2.18200	41.345	3.7
18	2	1	7	2.15930	41.800	1.8
19	0	3	6	2.11440	42.730	9.1
20	3	1	2	2.08290	43.409	2.1
21	1	2	8	2.02690	44.672	19.9
22	1	3	4	1.98560	45.653	12.2
23	0	2	10	1.95580	46.389	8.1
24	3	1	5	1.92090	47.283	1.5
25	2	2	6	1.90660	47.659	28.5
26	0	0	12	1.89740	47.905	3.1
27	0	4	2	1.88340	48.283	4.4
28	4	0	4	1.81050	50.360	1.1
29	2	1	10	1.78780	51.045	22.4
30	1	3	7	1.77520	51.434	4.2
31	3	2	1	1.74730	52.316	0.5
32	1	1	12	1.74300	52.455	0.2
33	2	3	2	1.73200	52.814	0.1
34	3	1	8	1.69950	53.905	8.9
35	3	2	4	1.67490	54.762	12.4
36	4	1	0	1.66690	55.047	23.7
37	2	3	5	1.63550	56.197	1.1
38	4	1	3	1.62810	56.475	2.6
39	0	1	14	1.59070	57.927	6.1
40	0	4	8	1.58580	58.123	3.9
41	1	3	10	1.55100	59.557	12.4
42	3	2	7	1.54280	59.906	0.9
43	4	1	6	1.52620	60.625	14.5
44	0	3	12	1.52140	60.837	2.2
45	5	0	2	1.51420	61.157	0.2
46	2	0	14	1.49640	61.964	7.9
47	2	1	13	1.49640	61.964	7.9
48	2	3	8	1.49230	62.153	2.6
49	3	1	11	1.48060	62.700	1.4
50	0	5	4	1.47550	62.941	4.9
51	3	3	0	1.47010	63.199	5.3
52	4	0	10	1.46320	63.532	4.7
53	3	3	3	1.44330	64.513	0.8

54	2	2	12	1.43830	64.764	0.5
55	1	1	15	1.43530	64.916	2.6
56	1	2	14	1.41700	65.860	7.9
57	2	4	4	1.39930	66.801	4.4
58	1	0	16	1.39930	66.801	4.4
59	4	1	9	1.39190	67.203	1.3
60	3	2	10	1.38880	67.373	4.5
61	4	2	5	1.37610	68.080	0.5
62	3	3	6	1.37080	68.379	2.4
63	5	1	1	1.36950	68.453	2.2
64	1	3	13	1.34990	69.589	0.5
65	2	3	11	1.33750	70.329	0.5
66	5	1	4	1.33380	70.553	8.3
67	0	2	16	1.33380	70.553	8.3
68	2	4	7	1.31950	71.434	0.3
69	1	5	5	1.31360	71.804	1.0
70	3	1	14	1.29010	73.323	5.0
71	4	2	8	1.28740	73.502	1.6
72	2	1	16	1.27640	74.241	1.2
73	6	0	0	1.27310	74.466	6.8
74	0	5	10	1.26860	74.775	0.3
75	0	0	18	1.26490	75.032	3.1
76	5	1	7	1.26490	75.032	3.1
77	4	3	1	1.25390	75.806	0.1
78	3	4	2	1.24820	76.214	1.0
79	3	2	13	1.23820	76.941	1.1
80	0	4	14	1.23820	76.941	1.1
81	4	3	4	1.22630	77.827	1.2
82	5	2	0	1.22320	78.062	3.2
83	2	4	10	1.21920	78.367	2.9
84	1	2	17	1.21590	78.621	0.9
85	1	1	18	1.21590	78.621	0.9
86	3	4	5	1.21060	79.032	0.1
87	0	6	6	1.20700	79.315	1.0
88	2	3	14	1.19210	80.507	5.4
89	4	2	11	1.18410	81.164	0.1
90	1	3	16	1.18130	81.397	0.2
91	5	1	10	1.17510	81.918	0.5
92	4	3	7	1.17150	82.224	0.5
93	5	2	6	1.16420	82.853	5.1
94	6	1	2	1.15880	83.325	0.4
95	3	4	8	1.14890	84.206	3.3
96	1	5	11	1.14360	84.687	1.1
97	1	6	4	1.14120	84.907	1.8
98	4	0	16	1.14120	84.907	1.8
99	3	1	17	1.13280	85.687	2.2
100	3	0	18	1.13280	85.687	2.2
101	0	1	20	1.12600	86.330	2.1
102	1	4	15	1.12230	86.685	0.5
103	5	0	14	1.11350	87.543	2.2
104	2	4	13	1.11350	87.543	2.2
105	2	1	19	1.10680	88.209	0.2
106	3	2	16	1.10470	88.421	1.1
107	4	4	0	1.10260	88.633	1.3
108	4	3	10	1.09960	88.939	5.5
109	1	6	7	1.09670	89.237	0.3
110	2	2	18	1.09670	89.237	0.3

111	2	0	20	1.09100	89.829	0.9
112	3	5	1	1.09100	89.829	0.9
113	0	7	2	1.08630	90.324	0.7
114	5	1	13	1.07960	91.042	2.9
115	4	2	14	1.07960	91.042	2.9
116	6	1	8	1.07810	91.204	1.2
117	3	4	11	1.07370	91.685	0.3
118	7	0	4	1.07170	91.905	1.3
119	2	3	17	1.06420	92.743	0.1
120	5	3	5	1.06120	93.084	0.2
121	4	4	6	1.05910	93.324	2.7
122	1	2	20	1.05910	93.324	2.7
123	3	3	15	1.05600	93.681	0.3
124	2	6	2	1.05480	93.820	0.1
125	1	1	21	1.05290	94.041	0.7
126	1	5	14	1.04870	94.535	4.0
127	6	2	4	1.04140	95.408	3.3
128	0	5	16	1.04140	95.408	3.3
129	1	6	10	1.03710	95.931	2.2
130	3	5	7	1.03460	96.239	0.1
131	2	6	5	1.03180	96.586	0.4
132	2	5	12	1.02810	97.050	0.1
133	1	0	22	1.02560	97.367	0.2
134	0	7	8	1.01890	98.228	2.1
135	6	1	11	1.01520	98.711	0.1
136	2	4	16	1.01340	98.949	0.6
137	7	1	0	1.01180	99.161	1.6
138	1	4	18	1.00770	99.710	2.7
139	6	2	7	1.00770	99.710	2.7
140	7	1	3	1.00280	100.376	2.3
141	3	1	20	1.00280	100.376	2.3
142	0	2	22	0.99890	100.914	0.3
143	3	4	14	0.99400	101.601	1.2
144	2	6	8	0.99280	101.771	0.4
145	3	2	19	0.98920	102.285	0.2
146	5	1	16	0.98770	102.502	0.9
147	7	0	10	0.98410	103.025	3.9
148	0	4	20	0.97790	103.944	3.6
149	1	7	6	0.97790	103.944	3.6
150	4	5	2	0.97430	104.487	0.2
151	2	1	22	0.97430	104.487	0.2
152	1	6	13	0.97000	105.145	0.1
153	5	4	4	0.96390	106.098	2.3
154	6	3	0	0.96240	106.336	1.8
155	6	2	10	0.96050	106.639	1.3
156	3	3	18	0.95880	106.912	1.3
157	1	5	17	0.95880	106.912	1.3
158	4	5	5	0.95620	107.334	0.3
159	2	3	20	0.95470	107.579	1.0
160	3	6	3	0.95470	107.579	1.0
161	5	2	15	0.95240	107.957	0.1
162	6	1	14	0.94700	108.861	1.6
163	2	6	11	0.94300	109.544	0.4
164	0	8	4	0.94170	109.768	1.0
165	4	3	16	0.94170	109.768	1.0
166	5	4	7	0.93660	110.660	0.2
167	1	2	23	0.93660	110.660	0.2

168	6	3	6	0.93290	111.320	2.1
169	1	3	22	0.92990	111.863	0.2
170	7	2	2	0.92990	111.863	0.2
171	1	1	24	0.92750	112.303	2.2
172	4	5	8	0.92500	112.766	0.1
173	2	7	4	0.92090	113.537	1.3
174	3	4	17	0.91610	114.459	0.1
175	5	0	20	0.91290	115.086	0.8
176	4	1	21	0.90890	115.883	0.3
177	5	3	14	0.90620	116.431	1.7
178	5	1	19	0.90250	117.193	0.4
179	1	6	16	0.90140	117.422	0.3
180	5	4	10	0.89860	118.012	0.8
181	6	0	18	0.89730	118.289	2.3

Stick Pattern



Name and formula

Reference code:	01-078-2347
Compound name:	Sodium Zirconium Silicon Phosphorus Oxide
Common name:	disodium dizirconium silicon diphosphorus dodecaoxide
Empirical formula:	$\text{Na}_2\text{O}_{12}\text{P}_2\text{SiZr}_2$
Chemical formula:	$\text{Na}_2\text{Zr}_2\text{SiP}_2\text{O}_{12}$

Crystallographic parameters

Crystal system:	Rhombohedral
Space group:	R-3c
Space group number:	167
a (Å):	8.9348
b (Å):	8.9348
c (Å):	22.8486
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	1579.65
Z:	6.00
RIR:	2.18

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
---------	---------------------------

Subfiles: ICSD Pattern
Inorganic
Quality: Star (S)

Comments

ANX: A2B2C3X12
Creation Date: 9/10/1997
Modification Date: 1/24/2011
Additional Patterns: See PDF 01-084-1197
ANX: A2B2C3X12
Delete duplicate: Delete: ICSD 2008/1
version removed this
collection code. SK 1/09.
ICSD Collection Code:
63565. Calculated Pattern
Original Remarks: REM
F Occupancies "expressed
as fractions of the
multiplicity of f a general
position": Na1: .096+7,
Na2: .116+8, Zr: 1/3,
P,Si: 1/2. Temperature
Factor: ITF. Wyckoff
Sequence: f2 e2 c b
(R3-CH). Unit Cell Data
Source: Powder Diffraction.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using
POWD-12+ +, (1997)*
Structure: Baur, W.H., Dygas, J.R.,
Whitmore, D.H., Faber, J.,
Solid State Ionics, **18**, 935,
(1986)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]
I [%]					
1	0	1	2	6.40660	13.811
35.0					
2	1	0	4	4.59560	19.299
83.5					
3	1	1	0	4.46740	19.858
89.3					
4	1	1	3	3.85340	23.062
66.2					
5	2	0	2	3.66440	24.270
0.1					
6	0	2	4	3.20330	27.829
46.8					
7	2	1	1	2.89810	30.828
100.0					
8	1	1	6	2.89810	30.828
100.0					
9	1	2	2	2.83320	31.553
0.4					
10	0	1	8	2.67940	33.415
2.4					
11	2	1	4	2.60320	34.424
18.2					
12	3	0	0	2.57920	34.754
43.0					
13	1	2	5	2.46330	36.445
0.2					
14	2	0	8	2.29780	39.173
4.3					
15	2	2	0	2.23370	40.346
3.0					
16	1	1	9	2.20720	40.852
2.4					
17	1	0	10	2.19130	41.161
3.3					

18	2	1	7	2.17820	41.420
1.4					
19	2	2	3	2.14340	42.125
3.6					
20	0	3	6	2.13550	42.288
6.9					
21	3	1	2	2.10920	42.841
1.9					
22	1	2	8	2.04340	44.292
12.4					
23	1	3	4	2.00900	45.092
11.5					
24	0	2	10	1.96740	46.100
8.2					
25	3	1	5	1.94250	46.725
1.3					
26	2	2	6	1.92670	47.132
26.5					
27	0	4	2	1.90730	47.641
3.7					
28	0	0	12	1.90400	47.728
4.1					
29	4	0	4	1.83220	49.723
1.0					
30	2	1	10	1.80050	50.659
19.8					
31	3	2	1	1.76980	51.602
0.5					
32	2	3	2	1.75410	52.098
0.1					
33	1	1	12	1.75160	52.178
0.1					
34	3	1	8	1.71570	53.355
5.5					
35	3	2	4	1.69520	54.053
9.4					
36	1	2	11	1.69520	54.053
9.4					
37	4	1	0	1.68850	54.285

18.5					
38	2	2	9	1.67700	54.688
0.8					
39	2	3	5	1.65470	55.488
1.1					
40	4	1	3	1.64850	55.715
1.6					
41	0	4	8	1.60160	57.496
2.6					
42	0	1	14	1.59690	57.681
4.5					
43	1	3	10	1.56430	59.000
10.9					
44	3	2	7	1.55950	59.200
6.2					
45	4	1	6	1.54360	59.871
13.1					
46	0	3	12	1.53190	60.376
2.8					
47	2	3	8	1.50770	61.449
1.7					
48	2	1	13	1.50770	61.449
1.7					
49	2	0	14	1.50370	61.630
6.2					
50	3	1	11	1.49370	62.088
4.2					
51	0	5	4	1.49370	62.088
4.2					
52	3	3	0	1.48910	62.302
6.3					
53	4	0	10	1.47640	62.898
3.9					
54	3	3	3	1.46150	63.614
0.6					
55	4	2	2	1.44900	64.228
0.2					
56	2	2	12	1.44900	64.228
0.2					

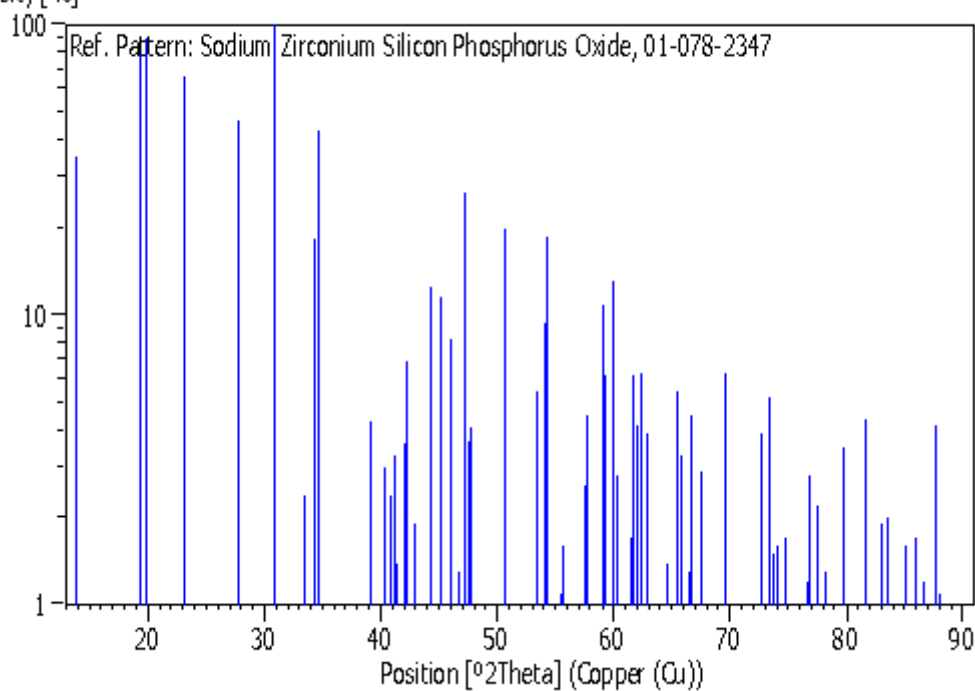
57	1	1	15	1.44170	64.593
1.4					
58	1	2	14	1.42520	65.433
5.5					
59	2	4	4	1.41660	65.881
3.3					
60	1	0	16	1.40430	66.532
1.3					
61	3	2	10	1.40180	66.666
4.5					
62	4	2	5	1.39270	67.160
0.6					
63	5	1	1	1.38690	67.478
2.9					
64	3	3	6	1.38690	67.478
2.9					
65	5	0	8	1.35980	69.010
0.4					
66	1	3	13	1.35980	69.010
0.4					
67	2	3	11	1.35040	69.560
6.3					
68	5	1	4	1.35040	69.560
6.3					
69	0	2	16	1.33970	70.196
0.9					
70	2	4	7	1.33450	70.510
0.3					
71	1	5	5	1.32960	70.809
0.8					
72	4	2	8	1.30160	72.571
0.9					
73	3	1	14	1.29910	72.733
3.9					
74	6	0	0	1.28960	73.356
5.2					
75	2	1	16	1.28320	73.782
1.5					
76	5	1	7	1.27870	74.085

1.6					
77	4	3	1	1.26940	74.720
1.7					
78	0	0	18	1.26940	74.720
1.7					
79	3	4	2	1.26430	75.073
0.9					
80	2	2	15	1.25850	75.480
0.1					
81	1	5	8	1.24900	76.156
0.5					
82	3	2	13	1.24900	76.156
0.5					
83	0	4	14	1.24740	76.271
0.6					
84	4	3	4	1.24170	76.685
1.2					
85	5	2	0	1.23900	76.882
2.8					
86	2	4	10	1.23170	77.422
2.2					
87	1	1	18	1.22120	78.214
1.3					
88	1	2	17	1.22120	78.214
1.3					
89	2	3	14	1.20140	79.758
3.5					
90	4	2	11	1.19570	80.215
0.2					
91	1	3	16	1.18890	80.768
0.5					
92	5	1	10	1.18740	80.892
0.6					
93	4	3	7	1.18520	81.073
0.5					
94	5	2	6	1.17820	81.657
4.4					
95	6	1	2	1.17300	82.096
0.6					

96	3	3	12	1.17300	82.096
0.6					
97	3	4	8	1.16200	83.044
1.9					
98	1	5	11	1.15560	83.607
2.0					
99	1	6	4	1.15560	83.607
2.0					
100	4	0	16	1.14890	84.206
0.1					
101	6	1	5	1.14250	84.788
0.1					
102	3	0	18	1.13890	85.119
1.6					
103	0	1	20	1.13020	85.931
1.7					
104	5	0	14	1.12300	86.618
1.2					
105	4	4	0	1.11680	87.219
0.9					
106	4	3	10	1.11140	87.750
4.2					
107	1	6	7	1.10970	87.919
1.1					
108	3	5	1	1.10410	88.481
0.2					
109	2	2	18	1.10410	88.481
0.2					
110	0	7	2	1.10030	88.867
0.5					
111	2	0	20	1.09570	89.340
0.6					
112	5	1	13	1.09060	89.871
0.7					
113	6	1	8	1.09060	89.871
0.7					

Stick Pattern

Intensity [%]



Hasil LCR Meter								
X=2,5			X=2			X=1,5		
Frekuensi	Rp (Ω)	Z (Ω)	Frekuensi (Hz)	Rp (Ω)	Z (Ω)	Frekuensi (Hz)	Rp (Ω)	Z (Ω)
1000	978960	967500	1000	22717	22710	1000	237240	236700
2000	942230	920800	2000	22615	22600	2000	233580	232900
3000	916260	884700	3000	22584	22550	3000	232080	231300
4000	909310	866400	4000	22575	22530	4000	234680	233700
5000	894990	841800	5000	22564	22500	5000	234180	233100
6000	875820	814200	6000	22560	22480	6000	234220	232900
7000	858160	789000	7000	22557	22450	7000	234640	233100
8000	843690	767400	8000	22553	22420	8000	235120	233400
9000	829740	747100	9000	22545	22390	9000	235700	233800
10000	817360	728700	10000	22537	22350	10000	236240	234100
11000	806090	712000	11000	22529	22320	11000	236700	234400
12000	795790	696700	12000	22517	22270	12000	237370	234800
13000	786000	682200	13000	22497	22220	13000	237550	234700
14000	775840	668100	14000	22478	22170	14000	237760	234700
15000	765980	654600	15000	22459	22120	15000	237790	234500
16000	756810	642100	16000	22422	22050	16000	237860	234400
17000	748350	630500	17000	22406	22000	17000	238230	234500
18000	741760	620400	18000	22342	21900	18000	238530	234600

19000	734490	610400	19000	22276	21800	19000	238800	234600
20000	727180	600600	20000	22216	21710	20000	238980	234500
21000	720280	591400	21000	22161	21620	21000	239090	234400
22000	713330	582300	22000	22102	21530	22000	239170	234200
23000	705770	573300	23000	22048	21440	23000	239370	234200
24000	699890	565200	24000	22002	21360	24000	239460	234100
25000	692650	556800	25000	21956	21280	25000	239660	234000
26000	687520	549800	26000	21899	21190	26000	239800	233900
27000	681380	542200	27000	21849	21110	27000	239890	233800
28000	675390	535100	28000	21804	21030	28000	239900	233500
29000	669770	528300	29000	21763	20960	29000	239890	233300
30000	664360	521700	30000	21721	20880	30000	239320	232600
31000	659110	515400	31000	21670	20800	31000	239050	232100
32000	654380	509600	32000	21610	20710	32000	239150	232000
33000	649760	504100	33000	21555	20620	33000	239210	231800
34000	644760	498200	34000	21508	20550	34000	239230	231600
35000	639990	492700	35000	21467	20470	35000	239350	231500
36000	635800	487700	36000	21427	20400	36000	239470	231400
37000	631880	482900	37000	21391	20340	37000	239510	231300
38000	627860	478100	38000	21359	20270	38000	239510	231100
39000	624150	473600	39000	21325	20210	39000	239510	230900

40000	620890	469400	40000	21291	20140	40000	239490	230700
41000	616980	465000	41000	21262	20080	41000	239430	230400
42000	612690	460400	42000	21236	20030	42000	239340	230100
43000	608940	456200	43000	21211	19970	43000	239290	229900
44000	604910	451900	44000	21179	19910	44000	239250	229700
45000	601790	448100	45000	21125	19830	45000	239200	229500
46000	597740	444000	46000	21081	19760	46000	239200	229300
47000	593960	440000	47000	21041	19690	47000	239200	229100
48000	590310	436200	48000	20998	19620	48000	239120	228800
49000	587040	432500	49000	20939	19540	49000	239000	228600
50000	583690	428900	50000	20896	19470	50000	238020	227500
51000	580460	425500	51000	20849	19400	51000	238220	227500
52000	577080	422000	52000	20800	19320	52000	237890	227000
53000	573840	418600	53000	20754	19250	53000	237410	226400
54000	570350	415100	54000	20708	19180	54000	236780	225700
55000	567270	411800	55000	20652	19110	55000	235730	224600
56000	564240	408600	56000	20593	19030	56000	235450	224200
57000	560930	405400	57000	20538	18950	57000	235540	224100
58000	557910	402400	58000	20483	18880	58000	235580	224000
59000	554950	399400	59000	20432	18810	59000	235670	224000
60000	551840	396300	60000	20381	18730	60000	235720	223900

61000	548720	393400	61000	20329	18660	61000	235750	223800
62000	545980	390600	62000	20277	18590	62000	235760	223600
63000	543220	387800	63000	20228	18530	63000	235750	223500
64000	540640	385200	64000	20184	18460	64000	235700	223300
65000	538080	382700	65000	20148	18410	65000	235580	223100
66000	535930	380300	66000	20093	18330	66000	235470	222900
67000	533690	378000	67000	20038	18260	67000	235390	222700
68000	531380	375600	68000	19981	18190	68000	235300	222500
69000	529270	373400	69000	19934	18130	69000	235140	222200
70000	527090	371100	70000	19884	18060	70000	234980	222000
71000	524940	368900	71000	19833	17990	71000	234790	221700
72000	522180	366400	72000	19790	17940	72000	234620	221400
73000	520030	364200	73000	19755	17880	73000	234490	221200
74000	517170	361700	74000	19713	17820	74000	234350	221000
75000	514460	359300	75000	19655	17750	75000	234120	220700
76000	512480	357300	76000	19599	17690	76000	233910	220400
77000	510470	355300	77000	19545	17620	77000	233840	220200
78000	508450	353300	78000	19496	17560	78000	233720	220000
79000	506440	351300	79000	19451	17500	79000	233530	219700
80000	504390	349300	80000	19408	17440	80000	233310	219500
81000	502230	347300	81000	19369	17390	81000	233080	219200

82000	500080	345300	82000	19330	17340	82000	232830	218800
83000	498010	343400	83000	19292	17280	83000	232720	218700
84000	495980	341500	84000	19255	17230	84000	232580	218400
85000	493900	339500	85000	19215	17180	85000	232360	218100
86000	491690	337500	86000	19175	17130	86000	231990	217700
87000	489770	335700	87000	19138	17080	87000	231500	217200
88000	488040	334000	88000	19103	17030	88000	231200	216900
89000	486310	332400	89000	19069	16980	89000	230960	216600
90000	484550	330700	90000	19032	16940	90000	230760	216300
91000	482950	329100	91000	18998	16890	91000	230510	216000
92000	481330	327500	92000	18964	16840	92000	230230	215700
93000	479460	325900	93000	18927	16790	93000	230000	215400
94000	477350	324100	94000	18889	16750	94000	229840	215200
95000	475080	322200	95000	18849	16700	95000	229680	215000
96000	473070	320500	96000	18817	16650	96000	229480	214800
97000	471180	318900	97000	18788	16610	97000	229310	214500
98000	469180	317200	98000	18759	16570	98000	229150	214300
99000	467160	315500	99000	18730	16530	99000	228960	214100
100000	465180	313900	100000	18699	16490	100000	228700	213800
110000	444690	297700	110000	18205	15940	110000	223150	208300
120000	426080	283500	120000	17749	15450	120000	217900	203300

130000	409470	270900	130000	17318	15000	130000	213070	198600
140000	394460	259700	140000	16916	14590	140000	208680	194400
150000	381000	249800	150000	16540	14210	150000	205000	190900
160000	368600	240800	160000	16183	13850	160000	201400	187600
170000	357100	232500	170000	15845	13520	170000	198130	184600
180000	346700	224700	180000	15525	13220	180000	194940	181500
190000	336800	217900	190000	15225	12930	190000	191930	178800
200000	328100	211700	200000	14939	12670	200000	189070	176200
210000	319800	205900	210000	14667	12420	210000	186270	173700
220000	311600	200400	220000	14409	12190	220000	183590	171300
230000	304200	195600	230000	14161	11960	230000	181380	169200
240000	296900	190400	240000	13932	11760	240000	179310	167500
250000	289600	185800	250000	13710	11560	250000	177100	165600
260000	282800	181500	260000	13501	11380	260000	174990	163700
270000	276200	177300	270000	13306	11210	270000	173170	162200
280000	269800	173400	280000	13120	11050	280000	171510	160700
290000	264000	169700	290000	12941	10890	290000	169670	159200
300000	258500	166200	300000	12770	10750	300000	167900	157600
310000	253300	163000	310000	12610	10610	310000	166200	156200
320000	248700	160000	320000	12450	10480	320000	164600	154900
330000	244000	156700	330000	12300	10350	330000	163200	153500

340000	239700	154000	340000	12150	10230	340000	161800	152400
350000	235600	151500	350000	12010	10110	350000	160500	151400
360000	231700	149100	360000	11880	9999	360000	159200	150300
370000	227900	146700	370000	11780	9884	370000	158000	149300
380000	224300	144500	380000	11620	9790	380000	156800	148300
390000	220900	142400	390000	11500	9691	390000	155600	147300
400000	217500	140300	400000	11420	9586	400000	154400	146400
410000	214200	138300	410000	11310	9493	410000	153300	145400
420000	210900	136300	420000	11200	9404	420000	152200	144600
430000	208000	134300	430000	11090	9318	430000	151100	143700
440000	205000	132600	440000	10980	9234	440000	150000	142800
450000	202200	130900	450000	10880	9154	450000	149000	141900
460000	200000	129300	460000	10790	9077	460000	147900	141000
470000	194900	126900	470000	10690	9003	470000	147000	140400
480000	192400	124500	480000	10600	8927	480000	146000	139000
490000	189800	122900	490000	10520	8856	490000	145000	138200
500000	187500	121500	500000	10430	8789	500000	144000	137400
510000	184700	119900	510000	10350	8722	510000	143100	136700
520000	181300	118300	520000	10270	8658	520000	142300	136100
530000	178200	116500	530000	10190	8597	530000	141500	135400
540000	175800	115200	540000	10110	8538	540000	140700	134800

550000	173600	113900	550000	10040	8480	550000	139900	134200
560000	171700	112800	560000	9970	8420	560000	139200	133600
570000	169000	111300	570000	9900	8370	570000	138500	133100
580000	167000	110200	580000	9830	8320	580000	137800	132600
590000	165400	109200	590000	9760	8260	590000	137200	132100
600000	163800	108300	600000	9700	8210	600000	136500	131600
610000	162000	107200	610000	9630	8160	610000	135900	131100
620000	160300	106200	620000	9570	8120	620000	135300	130700
630000	159000	105400	630000	9510	8070	630000	134700	130200
640000	157500	104500	640000	9450	8020	640000	134100	129700
650000	155900	103600	650000	9400	7980	650000	133500	129300
660000	154400	102700	660000	9340	7940	660000	132900	128800
670000	152700	101800	670000	9280	7890	670000	132300	128300
680000	151400	101100	680000	9230	7850	680000	131600	127800
690000	150100	100300	690000	9180	7810	690000	130900	127200
700000	148700	99500	700000	9120	7770	700000	130200	126700
710000	147400	98800	710000	9070	7730	710000	129700	126300
720000	146000	98000	720000	9030	7690	720000	129000	125800
730000	144400	97100	730000	8980	7660	730000	128400	125200
740000	143000	96400	740000	8930	7620	740000	127900	124800
750000	141700	95200	750000	8880	7580	750000	127400	124300

760000	140400	94500	760000	8840	7550	760000	127000	124000
770000	139200	93800	770000	8790	7510	770000	126500	123600
780000	138100	93200	780000	8750	7480	780000	126000	123300
790000	137000	92600	790000	8710	7450	790000	125600	123000
800000	135700	91900	800000	8670	7420	800000	125200	122700
810000	134500	91200	810000	8630	7390	810000	124800	122400
820000	133400	90600	820000	8590	7360	820000	124500	122200
830000	132200	90000	830000	8550	7330	830000	124000	121800
840000	131000	89300	840000	8510	7300	840000	123600	121500
850000	129900	88300	850000	8470	7270	850000	123200	121000
860000	128900	87700	860000	8440	7240	860000	122900	120700
870000	127900	87200	870000	8400	7210	870000	122400	120400
880000	127000	86700	880000	8360	7180	880000	121800	119900
890000	126200	86200	890000	8330	7150	890000	121500	119600
900000	125500	85800	900000	8290	7120	900000	121200	119400
910000	124600	85300	910000	8250	7090	910000	120800	119100
920000	123900	84900	920000	8210	7060	920000	120300	118700
930000	123100	84400	930000	8180	7040	930000	119800	118300
940000	122300	84000	940000	8150	7010	940000	119400	118000
950000	121500	83000	950000	8110	6990	950000	118900	117300
960000	120700	82600	960000	8080	6960	960000	118500	117000

970000	120000	82200	970000	8050	6940	970000	118200	116800
980000	119200	81800	980000	8020	6920	980000	117800	116500
990000	118400	81400	990000	7990	6890	990000	117500	116200
999000	117500	81000	999000	7970	6880	999000	117200	116000



BAB V **KESIMPULAN**

V.1 Kesimpulan

Ekstraksi Silika (SiO_2) berhasil dilakukan dengan menggunakan metode *acid-leaching* dengan bahan dasar sekam padi. Silika hasil ekstraksi mempunyai struktur kristal amorfus dan morfologinya berpori. Sintesa *Sodium Super Ionic Conductor* ($\text{Na}_{1+x}\text{Zr}_2\text{Si}_x\text{P}_{3-x}\text{O}_{12}$) dengan $x=1,5$; 2; dan 2,5 berhasil dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel. Hasil sintesa NASICON pada ketiga komposisi memiliki struktur monoklinik, sedangkan setelah proses kompaksi dan pemanasan ulang NASICON berubah struktur menjadi rhombohedral..

NASICON dengan tiga komposisi tersebut bersifat semikonduktor, namun NASICON dengan komposisi $x=2$ memiliki konduktivitas ion paling tinggi sebesar $7,61 \times 10^{-6} \text{ S/cm}$. Penambahan fraksi mol SiO_2 pada NASICON tidak menghasilkan perubahan struktur kristal, namun sintering ulang hingga 1000°C menghasilkan transformasi struktur kristal monoklinik ke rhombohedral. Selain itu, nilai konduktivitas semakin tinggi pada penambahan nilai fraksi mol (x) namun akan menurun seiring dengan kenaikan fraksi mol ≥ 2 .

V.2 Saran

Diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai performa NASICON dengan variasi temperatur.

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



Daftar Pustaka

- Borsoum, MW. (2003). *Fundamental of Ceramics*. IOP Publishing: Bristol & Philadelphia
- Daniel, Claus et al. *Handbook of Batteries*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA : Germany
- Fernandes, IJ et. al. (2015). “Characterization of rice husk ash produced using different biomass combustion techniques for energy”. *Journal of Fuel*. 165 (2016) 351–359
- Ghosh, Rajesh. Bhattacharjee, Sounak. (2013). “A Review Study on Precipitated Silica and Activated Carbon from Rice Husk”. *Chemical Engineering & Process Technology*
- Guin, M. Tietz, F. (2015). “Survey of the transport properties of sodium superionic conductor materials for use in sodium batteries”. *Journal of Power Sources* 273 pp 1056-1064
- Goodenough, J. B., et.al (1975). “Fast Ion Na⁺ - Ion Transport In Skeleton Structure.” Massachusetts Institute of Technology, Pergamon Press: USA.
- Honma, Tsuyoshi et. al. (2014). “Electrical conductivity of Na₂O–Nb₂O₅–P₂O₅ glass and fabrication of glass–ceramic composites with NASICON type Na₃Zr₂Si₂PO₁₂. *Solid State Ionics* 269 pp 19–23
- Karamov, F.A. (2008). “Superionic Conductors”. Cambridge International Science Publishing: United Kingdom
- Kim, Jeongsoo et al. (2015). “Low temperature performance of sodium–nickel chloride batteries with NaSICON solid electrolyte”. *Journal of Electroanalytical Chemistry*

Laporan Tugas Akhir
Jurusan Teknik Material dan Metalurgi



- Lelere, F, et. al. (2013). “An all-solid state NASICON sodium battery operating at 200 C”. *Journal of Power Source*
- Noguchi, Yoshinori et al. (2012).” Fabrication and performances of all solid-state symmetric sodium battery based on NASICON-related compounds”. *Electrochimica Acta* 101 pp 59– 65
- Mulson, AJ, Herbert, JM. (2003). *Electroceramic: Second Edition*. Wiley: England
- Patil, Ragini. Dongre,Rajendra. Meshram, Jyotsna. (2014). “Preparation of Silica Powder from Rice Husk”. *IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)* 2278-5736, PP 26-29
- Yadav, Parul. Bhatnagar, MC. (2012). “Structural studies of NASICON material of different compositions by sol–gel method”. *Ceramics International* 38 pp 1731–1735
- Zulfiqar, Usama.Subhani, Tayyab. Husain, SW. (2015).” Towards tunable size of silica particles from rice husk”. *Journal of Non-Crystalline Solids* 429 pp 61-69

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Syifa' Errahmah yang lahir di Surabaya, 23 Oktober 1994. Penulis tinggal di kota Udang, lebih tepatnya di Tambak Sumur 17 RT/RW 06/03 Waru – Sidoarjo. Riwayat pendidikan penulis adalah TK Muslimat Tambak Sumur (lulus 1999), MI Al-Asy'ari Kundi Waru (lulus 2006), SMPN 13 Surabaya (lulus 2009), SMAN 1 Sidoarjo (lulus 2012), kemudian menempuh pendidikan S1 di Teknik Material dan Metalurgi FTI

ITS. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di organisasi kampus sebagai salah Medium leader di JMMI ITS pada periode 2013-2015 dan ketua UKM LSBD Hikmatul Iman pada periode 2014-2015. Penulis memiliki hobi menulis dan pernah menjadi nominasi pada lomba menulis Divapress 2013 dengan tema #MyMomMyAngel.